



# **INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE EGAS MONIZ**

## **MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

### **POTENCIAL DESMINERALIZANTE DE VÁRIAS ESTRATÉGIAS ADESIVAS**

Trabalho submetido por  
**Beatriz Alexandra Valério Gil**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

**setembro de 2017**





**INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**POTENCIAL DESMINERALIZANTE DE VÁRIAS ESTRATÉGIAS  
ADESIVAS**

Trabalho submetido por  
**Beatriz Alexandra Valério Gil**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por  
**Professora Doutora Alexandra Pinto**

e coorientado por  
**Mestre Inês Carpinteiro**

**setembro de 2017**



## **AGRADECIMENTOS**

À Professora Alexandra Pinto por toda a orientação, dedicação e entusiasmo no desenrolar desta experiência.

À Mestre Inês Carpinteiro pela paciência para as minhas questões e dúvidas muitas vezes desnecessárias.

À Professora Ana Mano Azul por despoletar em mim o gosto e admiração pela Dentisteria Restauradora.

Ao Professor Doutor Mário Polido pela disponibilização do protocolo de Preparação para Análise com Microscópio Eletrónico de Varrimento.

Ao Professor José João Mendes pela preocupação e palavras de conforto nos momentos mais stressantes de trabalho em laboratório.

Ao Professor João Rua que me incutiu muita sabedoria e me fez dominar as minhas inseguranças, mesmo não participando directamente na realização deste projecto, foi sem dúvida um grande pilar nesta etapa tão importante da minha vida.

À 3M ESPE e novamente à Professora Doutora Ana Mano Azul por terem gentilmente cedido as resinas compostas para a execução deste estudo.

À Doutora Eng<sup>a</sup> Isabel Nogueira, pela sua ajuda e disponibilidade para análise com o Microscópio Eletrónico de Varrimento e por todos os conhecimentos que me transmitiu para uma melhor conclusão deste trabalho.

Ao Professor Luís Proença por toda a paciência e disponibilidade para me ajudar na análise estatística deste trabalho.

Ao Instituto Superior de Ciências da Saúde Egas Moniz por todos os anos de formação e por me disponibilizar o melhor suporte para a minha vida profissional.

Ao Instituto de Odivelas, Estabelecimento Militar de Ensino Feminino, por toda a formação que me deu incutindo o rigor, responsabilidade, disciplina e método de estudo.



Aos meus avós, maternos e paternos, por toda a vossa ajuda e por sempre tratarem de mim como uma filha tentando proporcionar-me o que podiam e não podiam.

Aos meus pais, Maria e Rui, por não me virarem as costas e deixarem-me seguir outro caminho diferente do mundo da farmácia optando por algo que me concretizasse diariamente.

À minha mãe, Maria Valério, por sempre acreditar em mim e me dar a mão nos momentos mais difíceis da minha vida nomeadamente o ingresso nesta nossa Muy nobre Academia Egas Moniz. Por passar noites a ouvir-me relatar os inacabáveis trajectos das artérias e veias, a nobre árvore metabólica e as inúmeras manifestações clínicas da Patologia Oral.

Ao meu pai pelo exemplo de vida militar que leva, que tenho como exemplo de postura no trabalho e na vida pessoal. Aos meus irmãos pequeninos e Dora por perceberem esta etapa de muito trabalho.

Ao meu querido avô Miguel Valério pelo apoio incondicional e toda a disponibilidade para proporcionar o meu sucesso como aluna, a minha primeira cobaia em clínica integrada como a primeira grande reabilitação oral.

Ao meu noivo e melhor amigo, Antonio Diaz, porque mesmo longe foi sem dúvida a pessoa que mais me ajudou nestes últimos três anos. Obrigada pela tua dedicação, pela tua amizade, amor e pela tua paciência nesta etapa tão desgastante e exigente.

À minha cunhada, Tita, e irmão Diogo por toda a amizade e por me ajudarem e compreenderem esta etapa.

Ao meu sobrinho Tomás, meu tesouro, que foi a maior alegria que Deus me deu. O teu sorriso transforma a minha vida.

À minha grande amiga Rita por me acompanhar nesta luta e por ambas nos encontrarmos nesta fase final deste percurso. Muito orgulho por fazermos isto juntas!

À minha colega de Box Carla Lorigo, por me desafiar e querer ser melhor. Foi a cereja em cima do bolo e foi sem dúvida o último melhor ano deste curso. Para sempre Box 48!





## RESUMO

**Objectivo:** Avaliar o comportamento do Sistema adesivo Optibond FL sobre vários protocolos adesivos.

**Materiais e Métodos:** Dezoito dentes molares hígidos foram aleatoriamente distribuídos por dois grupos – grupo I (n=15) para ensaio de microtração e grupo II (n=3) para análise morfológica da interface com Microscopia electrónica de Varrimento. Estes foram avaliados sobre três estratégias diferentes dando lugar a três subgrupos – OFL1, OSE1 e CSE1: OFL1, Optibond FL - *Etch-and-rinse* três passos (n=5), OSE1 - Optibond FL sem condicionamento ácido prévio, como *Self-etch* dois passos (n=5) e CSE1, Clearfil SE Bond 2 - *Self-etch* dois passos (n=5). As amostras do grupo I e II foram restauradas com resina microhíbrida Filtek Z250 sendo depois armazenadas sobre a forma de palitos em água destilada durante 24h em estufa, a 37°, submetendo o grupo I a ensaio de microtração. As fraturas foram analisadas na lupa estereoscópica. Foram seleccionados aleatoriamente três palitos de cada subgrupo do grupo II para caracterização morfológica e avaliação da capacidade desmineralizante de cada grupo. A análise estatística foi feita com Qui-quadrado e teste paramétrico Two-Way ANOVA com nível de significância igual a 5%,  $p < 0,05$ .

**Resultados:** Comparativamente as médias de resistência adesiva foram  $26,825 \pm 12,110$  para OFL1,  $23,604 \pm 2,497$  para OSE1 e,  $25,715 \pm 14,186$  para CSE1 com nível de significância de 0,919 ( $p = 0,919$ ) pelo qual não se verificaram valores de resistência adesiva com diferenças estatisticamente significativas. As fotografias com auxílio da microscopia electrónica consentiram a efectividade da adesão à dentina no grupo OSE2, alvo do estudo, exibindo um comportamento análogo ao *Gold standard* de três passos *Etch-and-rinse*.

**Conclusão:** A aplicação do Optibond FL segundo uma abordagem *Self-etch* na dentina exhibe resultados *in vitro* satisfatórios análogos à estratégia de três passos *Etch-and-rinse*.

**Palavras Chave:** Adesão química, *Etch-and-Rinse*, *Self-Etch*, GPDM



## ABSTRACT

**Purpose:** The aim of this study is to assess the clinical behavior of Optibond FL under different adhesive protocols.

**Materials and methods:** Eighteen molars were randomly distributed per two groups. Group I (n=15) to Microtensile bond strength test and group II (n=3) to micromorphology characterization under scanning electron microscopy (SEM). Both groups were evaluated under three different adhesive strategies giving place to three different subgroups per group OFL1, OSE1 e CSE1 – OFL1, Optibond FL – three steps *Etch-and-rinse* (n=5), OSE1 - Optibond FL without prior etching under two steps *Self-etch* mode (n=5) and CSE1, Clearfil SE Bond 2 – two steps *Self-etch* (n=5). The samples of both groups were then restored with microhybrid resin composite (Filtek Z250) being stored in beams 24 hours in distilled water at 37°C. Teeth from group I were submitted to Microtensile test and the resulting fractures were classified stereoscopically. Three specimens were selected from each adhesive strategy of group II to evaluate its etching potential with SEM analysis. Data was evaluated with Chi-square test and parametric test Two-Way ANOVA under significance level set to 5%,  $p < 0,05$ .

**Results:** On a comparative perspective of bond strength the OFL1 presented  $26,825 \pm 12,110$ , OSE1 presented  $23,604 \pm 2,497$  and CSE1  $25,715 \pm 14,186$  with significance level of 0,919 ( $p = 0,919$ ) which reveals no significant differences between the experimental groups. The scanning electron microscopy pictures show the effectiveness of bonding to dentin with the target group OSE2 revealing a similar behavior to Gold standard Etch-and-rinse three steps.

**Conclusions:** The application of Optibond FL as Self-Etch strategy on dentin evidence similar in vitro results as the Gold Standard three-steps Etch-and-Rinse Optibond FL.

**Key-words:** Chemical bond, Etch-and-Rinse, Self-Etch, GPDM



# ÍNDICE GERAL

I. INTRODUÇÃO .....	13
1. Adesão em Medicina Dentária Contemporânea .....	13
1.1. Adesão à Dentina.....	14
1.2. Importância da Camada Híbrida.....	15
2. Evolução dos Sistemas Adesivos .....	16
2.1. Conceito de <i>Etchant</i> , <i>Primer</i> e <i>Bond</i> .....	16
2.2. Solventes .....	18
3. Sistemas Adesivos.....	19
3.1. Sistemas <i>Etch-and-Rinse</i> .....	19
3.2. Sistemas <i>Self-etch</i> .....	20
4. Longevidade da Interface Adesiva e suas características.....	23
5. Resistência Adesiva de União .....	26
5.1. Teste de Microtração ( <i>micro-tensile</i> ) .....	27
5.2. Análise do padrão de Fratura.....	29
6. Caracterização da Interface Adesiva .....	30
6.1. Microscopia Eletrônica de Varrimento .....	30
II. OBJETIVOS .....	31
III. HIPÓTESES DE ESTUDO .....	31
IV. MATERIAIS E MÉTODOS .....	33
1. Seleção, limpeza e armazenamento dos dentes .....	33
2. Material .....	34
3. Métodos .....	36
3.1. Protocolo de Preparação da amostra .....	36
3.2. Protocolo de Preparação das amostras para caracterização morfológica com Microscopia Eletrônica de Varrimento .....	45
3.3. Análise Estatística .....	49

IV. RESULTADOS .....	51
VI. DISCUSSÃO.....	61
VII. CONCLUSÃO.....	67
VIII. BIBLIOGRAFIA .....	69

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> "Triângulo de Ouro" que evidencia os três pontos chave para o sucesso da adesão (Adaptado de Banerjee & Green, 2011).	13
<b>Figura 2.</b> Imagem de Microscopia Electrónica de Varrimento revelando a uniformidade da camada híbrida num sistema adesivo do tipo <i>Etch-and-rinse</i> (Adaptado de Gateva & Kabaktchieva, 2012).	15
<b>Figura 3.</b> Estratégias adesivas na actualidade (Adaptado de Sezinando, 2014).	23
<b>Figura 4.</b> Esquema ilustrativo do protocolo de preparação de corpos de prova sobre duas diferentes técnicas. E1/F1 – Técnica Non-Trimming; E2/F2 – Técnica Trimming. (Adaptado de Camargo et al., 2007).	28
<b>Figura 5.</b> Seleção do dente molar hígido para corte em micrótopo.	36
<b>Figura 6.</b> Fixação do dente e delimitação da área de interesse.	36
<b>Figura 7.</b> Corte da área de dentina média para aplicação do sistema adesivo.	36
<b>Figura 8.</b> Máquina Polidora (LaboPol-4, Struers, A/S, Ballerup, Denmark).	37
<b>Figura 9.</b> Formação de <i>smear layer</i> com lixa de SiC de grão 600.	37
<b>Figura 10.</b> Sistema Adesivo Optibond FL.	37
<b>Figura 11.</b> Condicionamento ácido com Gel Etchant 37,5%.	38
<b>Figura 12.</b> Lavagem da superfície dentária com jacto de água.	38
<b>Figura 13.</b> Secagem da superfície dentária com leve sopro de ar.	38
<b>Figura 14.</b> Aplicação do <i>primer</i> na superfície com microbrush descartável.	38
<b>Figura 15.</b> Aplicação do adesivo do dispensador.	39
<b>Figura 16.</b> Aplicação do adesivo com microbrush descartável.	39
<b>Figura 17.</b> Fotopolimerização do adesivo.	39
<b>Figura 18.</b> Resina Composta Microhíbrida, Filtek Z250 (3M ESPE).	39
<b>Figura 19.</b> Condensação da resina composta.	39
<b>Figura 20.</b> Aplicação de uma camada de glicerina.	39
<b>Figura 21.</b> Fotopolimerização final da camada de glicerina.	40
<b>Figura 22.</b> Fotopolimerizador Elipar Deep-Cure-S (3M ESPE).	40
<b>Figura 23.</b> Sistema Adesivo Optibond FL, sem ácido ortofosfórico 37,5 %.	40
<b>Figura 24.</b> Sistema Adesivo Clearfil SE Bond 2.	41
<b>Figura 25.</b> Aplicação do <i>primer</i> na superfície dentária com posterior evaporação do solvente.	42
<b>Figura 26.</b> Aplicação do adesivo com posterior fotopolimerização.	42
<b>Figura 27.</b> Fotopolimerizador Elipar Deep-Cure-S e radiómetro (3M ESPE).	42
<b>Figura 28.</b> Complexo dente-resina com delimitação do substrato de esmalte.	42
<b>Figura 29.</b> Micrótopo de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Dinamarca).	43
<b>Figura 30.</b> Preparação para corte no eixo x.	43
<b>Figura 31.</b> Obtenção da amostra em inúmeros palitos /espécimes, descartando os pintados de azul.	43
<b>Figura 32.</b> Estufa.	43
<b>Figura 33.</b> Palitos de resina e dentina.	43
<b>Figura 34.</b> Máquina de Testes Universais.	44
<b>Figura 35.</b> Palito fixado no Jig de Geraldeli.	44
<b>Figura 36.</b> Cola de cianocrilato.	44
<b>Figura 37.</b> Craveira digital.	45
<b>Figura 38.</b> Lupa Estereoscópica.	45
<b>Figura 39.</b> Preparação das amostras para avaliação com MEV.	46
<b>Figura 40.</b> Soluções fixadoras.	46
<b>Figura 41.</b> Último passo de fixação e montagem das amostras em Hotte.	46

<b>Figura 42.</b> Crescente concentração de álcool etílico para desidratação dos espécimes.	47
<b>Figura 43.</b> Reagente Hexametildisilano. ....	47
<b>Figura 44.</b> Montagem dos palitos metalizados sobre fita de carbono dupla-face. ....	48
<b>Figura 45.</b> Microscópio Eletrônico de Varrimento com emissão de campo - Feg-SEM (JEOL, JSM-7001F, USA) .....	48
<b>Figura 46.</b> Tipo de fratura/falha (A- Mista, B - Adesiva, C - Coesiva em Resina, D - Coesiva em Dentina). ....	57
<b>Figura 47.</b> Observação da interface adesiva com Optibond FL sobre a ampliação de 1000x. (C-compósito, D- dentina, RT- Resin-Tags, T-túbulos dentinários expostos)...	57
<b>Figura 48.</b> Observação da interface adesiva com Optibond FL sobre a ampliação de 3000x- .....	58
<b>Figura 49.</b> Observação da interface adesiva com Optibond FL como Self-Etch, sobre a ampliação de 1000x. (C-compósito, D- dentina, RT- Resin-Tags, T-túbulos dentinários expostos).....	58
<b>Figura 50.</b> Observação da interface adesiva com Optibond FL como Self-Etch, sobre a ampliação de 3000x. (C-compósito, D- dentina, RT- Resin-Tags, T-túbulos dentinários expostos).....	58
<b>Figura 51.</b> Observação da interface adesiva com Clearfil SE Bond 2 sobre a ampliação de 1000x. (C-compósito, D- dentina, RT- Resin-Tags, T-túbulos dentinários expostos). ....	59
<b>Figura 52.</b> Observação da interface adesiva com Clearfil SE Bond 2 sobre a ampliação de 3000x. (C-compósito, D- dentina, RT- Resin-Tags, T-túbulos dentinários expostos). ....	59



## ÍNDICE DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Classificação do padrão de fratura de acordo com a sua localização .....	30
<b>Tabela 2.</b> Distribuição das amostras por grupos de estudo.....	34
<b>Tabela 3.</b> Composição dos materiais utilizados.....	35
<b>Tabela 4.</b> Representação das falhas pré-teste. ....	52
<b>Tabela 5.</b> Testes de normalidade para avaliação da distribuição normal das amostras por grupo.....	53
<b>Tabela 6.</b> Testes de homogeneidade de Varências – Teste de Levene. ....	53
<b>Tabela 7.</b> Valores de Resistência Adesiva à microtração, 24h após envelhecimento. (média+desvio-padrão, em MPa). ....	53
<b>Tabela 8.</b> Médias e desvio-padrões das resistências adesivas organizadas pelos factores avaliados. ....	54
<b>Tabela 9.</b> Teste de efeitos entre factores. ....	55
<b>Tabela 10.</b> Efeito do fator Sistema Adesivo nas médias dos resultados. F – Testa o efeito do Sistema Adesivo. ....	55
<b>Tabela 11.</b> Efeito do fator Presença de ácido nas médias dos resultados. ....	55

## ÍNDICE DE GRÁFICOS

<b>Gráfico 1.</b> Exemplo da representação das amostras no dente 5 do grupo 1A (OPTFL) com presença de Outliers.....	51
<b>Gráfico 2.</b> Representação da média das resitências adesivas por grupo experimental...	54
<b>Gráfico 3.</b> Distribuição dos tipos de fratura por grupo experimental (A – Adesiva; M- Mista, CD – Coesiva em Dentina; CR –Coesiva em Resina).....	56

## LISTA DE ABREVIATURAS

**BHT** – Butil-hidroxitolueno

**Bis-EMA** – Bisfenol-A-polietileno glicol dimetacrilato

**Bis-GMA** – Bisfenol -A- glicidil metacrilato

**CL** – Clearfil SE Bond 2

**CQ** – Canforoquinona

**Fenil –P** – 4-(dimetilamino) benzoato de 2-etil-hexilo

**GDMA** –glicerol dimetacrilato

**GPDM** – Glicerol fosfato dimetacrilato

**HEMA** – 2-hidroxietil metacrilato

**HDMS** - Hidroximetildisilano

**MEV** – Microscopia Eletrônica de Varrimento

**MMEP** – Ftalato de metacriloiloxietil

**MO** – Microscopia Ótica

**MPa** – Mega Pascal

**µm** – micrómetros

**mm** – milímetros

**ODMAB** – Amina alifática (iniciador)

**OPT** – Optibond FL

**SEM** – *Scanning Electron Microscopy*

**TEGDMA**- trietilenoglicol dimetacrilato

**UDMA** – Uretano dimetacrilato

**4-MET** – 4-ácido trimelítico metacriloiloxietil

**10-MDP** – 10 - Metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato



# I. INTRODUÇÃO

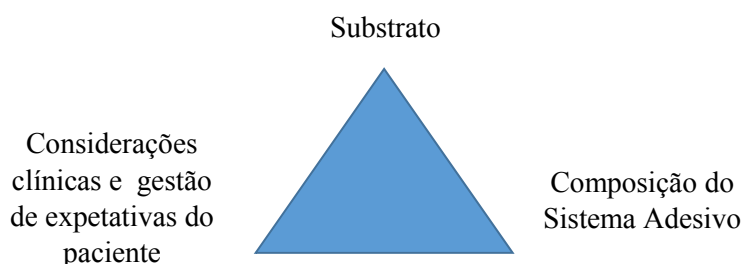
## 1. Adesão em Medicina Dentária Contemporânea

Desde 1955, quando Buonocore introduziu o conceito de condicionamento ácido no substrato de esmalte dentário, como meio fulcral para a promoção da adesão inter-substrato, tem havido uma rápida evolução no estudo da adesão. O conceito de adesão perpetua-se até hoje com a mesma filosofia de base, estabelecer uma ligação efetiva igual entre substratos de natureza diferente formando uma interface contínua (Van Meerbeek et al., 2011; Sezinando, 2014).

A evolução da descoberta de vários materiais dentários coloca a adesão como ferramenta de trabalho em várias áreas da Medicina Dentária. A crescente procura da máxima estética dá origem a um novo conceito- dentisteria minimamente invasiva, onde primora a preservação da estrutura dentária, e consequentemente o menor desgaste possível da mesma. Surge assim uma nova filosofia da Reabilitação Oral e Dentisteria Restauradora Estética (Banerjee & Green, 2011; Mouzinho, 2016).

Os cimentos dentários têm sido substituídos por cimentos com estratégias adesivas onde existe uma retenção da restauração não só mecânica mas também química (Freedman, 2006).

Atualmente não devemos esquecer que falar em adesão implica abordar vários factores de modo a atingir o seu sucesso: o tipo de substrato, considerações clínicas e gestão de expectativas do paciente, e a composição do sistema adesivo e material restaurador. A conjunção de todos estes fatores é representada pelo “Triângulo de Ouro” representado na Figura 1 (Banerjee & Green, 2011).



**Figura 1.** "Triângulo de Ouro" que evidencia os três pontos chave para o sucesso da adesão (Adaptado de Banerjee & Green, 2011).

### **1.1. Adesão à Dentina**

A adesão à dentina é sem dúvida um processo mais desafiante e só consegue ser atingido com uma maior preocupação protocolar quanto à aplicação dos sistemas adesivos (Van Meerbeek et al, 2011).

Em comparação com o esmalte, a dentina apresenta-se mais problemática. Apesar dos importantes desenvolvimentos dos materiais na dentina há ainda muitas adversidades obstantes ao seu sucesso, tais como a quantidade de água, a sua estrutura heterogênea e a estabilidade da união a longo prazo (Banerjee & Green, 2011)

A retenção mecânica adota particular importância no tecido de esmalte. O condicionamento ácido no esmalte cria um padrão de micro-retenções que permite a impregnação dos monómeros de resina. Já na dentina o processo de adesão caracteriza-se principalmente pela interdifusão dos monómeros de resina na matriz de colagénio após o condicionamento ácido. Assim os sistemas adesivos podem aderir na dentina de uma forma química, mecânica, ou ambas (Heymann, Swift, Ritter, & Sturdevant, 2013).

Quando falamos em dentina existem inúmeros fatores a considerar e que a diferenciam dos demais tecidos dentários. Iniciam-se pela sua própria composição, com menor conteúdo inorgânico (50%), maior quantidade de colagénio (30%), maior percentagem de água (20%), presença de diferentes substratos no mesmo tecido (túbulos, dentina inter e peritubular, prolongamentos citoplasmáticos, fluido crevicular) e com variações associadas à idade do paciente, saúde pulpar e profundidade da cavidade. (Leloup et al, 2001; Donassollo, Lima, Rodrigues-Junior, Coelho-de-Sousa & Demarco, 2010; Sezinando, 2014).

A dentina não é mais do que um complexo biológico de hidroxiapatite que se encontra na base de suporte da sua matriz colagénica. Caracteriza-se pelo seu elevado teor em água, com menor dureza que o esmalte. A dentina está sujeita a variações durante toda a vida que levam a um aumento da sua espessura e redução da sua permeabilidade (Sezinando, 2014).

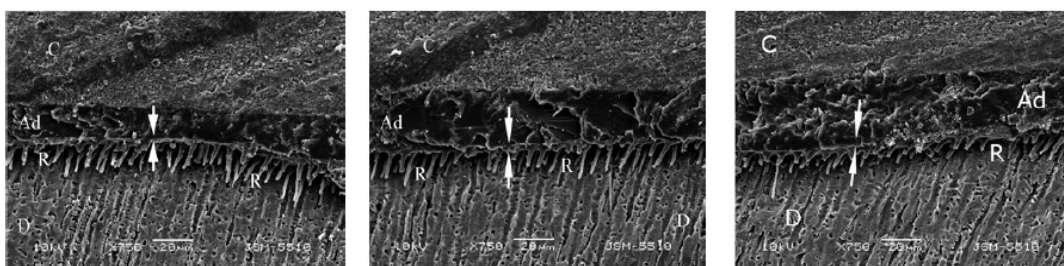
Sabe-se que a diferença entre a estabilidade adesiva entre resina-esmalte e resina-dentina deve-se à ausência de fibras colagénicas na composição do esmalte, proporcionando uma maior longevidade da adesão em esmalte em detrimento da dentina. (Pashley et al., 2013).

Existe, portanto, uma diferença significativa de morfologia entre os substratos que pode influenciar o comportamento dos sistemas adesivos de forma distinta. (Donassollo et al., 2010).

## 1.2.Importância da Camada Híbrida

A adesão a estruturas dentárias tem por base a impregnação de monómeros de resina na matéria orgânica e inorgânica do esmalte e dentina. É um processo que envolve duas fases. A primeira caracteriza-se pela remoção de cristais de fosfato e cálcio com a formação de microporosidades na superfície do esmalte e dentina, nomeadamente no esmalte. A segunda consiste na formação de uma camada de hibridização que se caracteriza pela infiltração dos monómeros de resina nas microporosidades criadas e sua polimerização. Ambas tornam mais fácil a adesão a qualquer substrato dentário. A hibridização é um processo que abriga três fenómenos indissociáveis – desmineralização, infiltração e polimerização, sendo descrito pela primeira vez por Nakabayahi em 1982 (Gateva & Kabaktchieva, 2012; Pashley et al., 2013).

A adesão à dentina dá origem a uma camada híbrida constituída por resina, fibras colagénicas, substrato dentinário e dentina intertubular. A formação desta camada é um processo contemplado na adesão à dentina, e a sua qualidade decide a resistência de união da interface resina-dentina. Quanto maior a espessura e uniformidade da camada híbrida melhor será a sua força de união, sendo a sua uniformidade um fator importante (Asthana & Parmar, 2014)



**Figura 2.** Imagem de Microscopia Electrónica de Varrimento revelando a uniformidade da camada híbrida num sistema adesivo do tipo *Etch-and-rinse* (Adaptado de Gateva & Kabaktchieva, 2012).

Esta micro-retenção mecânica que se expressa por interdifusão do *primer* e monómeros de resina hidrofóbica, na matriz colagénica, é denominada como Camada Híbrida, que apresenta em média uma espessura de cerca de 3 a 8 micrómetros. Esta

tem uma maior importância e relevância quando falamos em adesão na Dentina. O substrato de dentina apresenta maior percentagem de matéria orgânica, água, matriz de colagénio o que leva a um aumento da sensibilidade da técnica. A obtenção de uma camada híbrida coesa, contínua e uniforme é fulcral para o sucesso da adesão dentinária influenciando assim a força de adesão (Albaladejo, Osorio, Toledano, & Ferrari, 2010; Banerjee & Green, 2011).

## 2. Evolução dos Sistemas Adesivos

A Dentisteria Adesiva teve início com Buonocore no ano de 1955 com a introdução do conceito de condicionamento ácido do esmalte. Desde então tem surgido uma enorme evolução e constante descoberta de materiais adesivos que permitem devolver ao dente a sua anatomia original, nomeadamente as resinas compostas. Existem atualmente duas estratégias adesivas tendo por base a sua interação com a camada de *smear layer* – *Etch-and-Rinse*, que remove essa camada, e *Self-etch*, com alteração e incorporação da *smear layer* na interface adesiva. Mais recentemente surgem os adesivos universais ou multi-modo que apresentam como vantagem uma panóplia de aplicabilidades clínicas na medida em que podem ser usados sob todas as estratégias adesivas conhecidas (Perdigão, 2009; Sezinando, 2014; Drobac, Stojanac, Ramic, Premovic, & Petrovic, 2015).

### 2.1. Conceito de *Etchant*, *Primer* e *Bond*

O *Etchant*, consiste no primeiro passo para o protocolo de adesão que tem por base a aplicação de ácido ortofosfórico numa concentração entre 30 a 40%, normalmente em gel. Apresenta um pH < 1 (0,4 em média) com a capacidade de preparar o substrato de esmalte e dentina para a ação do *primer*. O condicionamento tem a particularidade de conseguir eliminar a maioria das bactérias residuais. Caracteriza-se por desmineralizar os cristais de hidroxiapatite criando no esmalte micro-porosidades que permitem a micro-retenção da resina e, conseqüente formação de *tags* de resina – base da adesão no esmalte. Ao nível da dentina desmineraliza os cristais de hidroxiapatite que suportam o colagénio expondo a matriz de colagénio (Banerjee & Green, 2011; Sezinando, 2014; Parmar & Ashtana, 2014; Pashley et al., 2013).



Após condicionamento ácido é fulcral lavar bem a cavidade de modo a eliminar os subprodutos resultantes da desmineralização ácida e garantir a expansão da matriz de colagénio na dentina. Tal como afirma Kanca, 1992, a presença de água na adesão à dentina, após a desmineralização, permite a re-hidratação da matriz colagénica com manutenção dos espaços colagénicos de dentina. Essa estabilidade permite a correta hibridização dos monómeros de resina repercutindo para uma maior força de ligação na interface dentina-resina. (Zeidan, Reis, Cassoni, & Rodrigues, 2016).

A estabilidade da presença de água confere um melhor selamento marginal e redução da sensibilidade pós-operatória – *wet-bonding* na dentina. (Pashley et al., 2013; Kanca, 1992). Porém não pode existir excesso de água na superfície, pois pode comprometer o sucesso do processo de adesão. Quando temos o substrato de dentina excessivamente hidratado ocorre a formação de uma camada híbrida muito fina, ou mesmo de um hidrogel entre a camada de adesivo infiltrada e as fibras de colagénio. O excesso de água parece resultar num fluxo contínuo a partir dos *resin-tags* à base da camada híbrida. Pode resultar na destruição e diluição dos monómeros adesivos, numa polimerização final reduzida ou mesmo incompleta – degradação hidrolítica da interface adesiva a longo prazo. A quantidade de água necessária para sucesso da técnica *wet-bonding* depende e varia de acordo com o tipo de solvente na base do sistema adesivo utilizado o que resulta numa maior sensibilidade da técnica (Asmussem & Peutzfeldt, 2001; Manuja, Nagpal, & Pandit, 2012; Pashley et al., 2013; Zeidan et al., 2016).

O *Primer*, é uma solução composta por monómeros hidrofílicos e hidrofóbicos diluídos num solvente tal como a água, acetona ou álcool. Porém a maior parte da sua composição é de natureza hidrofílica e tem como função permitir a infiltração e penetração dos monómeros hidrofóbicos na dentina através do seu monómero hidrofílico 2-hidroxietil metacrilato (HEMA). Este monómero tem afinidade com a molécula de água possibilitando a re-expansão das fibras colagénicas. A sua ação pode influenciar a formação coesa da camada híbrida e consequente resistência de união (Banerjee & Green, 2011; Parmar & Ashtana, 2014; Pashley et al., 2013).

O *Bond*, ou adesivo, pode ser caracterizado por uma fina camada de natureza resinosa normalmente sem carga inorgânica que tem lugar entre a camada de dentina pós-condicionada e a matriz da resina composta. Tem a capacidade de permitir a adesão entre os tecidos duros, de esmalte e dentina, e o material restaurador seja ele resina

composta ou um cimento resinoso. Os adesivos agem, portanto, como uma ponte de ligação entre o *primer* hidrofílico e a resina composta hidrofóbica (Parmar & Ashtana, 2014; Pashley, 2013). Pode ser ainda interpretado como um agente selante na medida que a sua natureza maioritariamente hidrofóbica permite preservar a interface adesiva de qualquer tipo de infiltração de água da cavidade oral (Silva e Souza Junior, Carneiro, Lobato, Silva e Souza, & Góes, 2010).

## 2.2. Solventes

Um dos componentes de grande importância quando abordamos os sistemas adesivos são os solventes: água, etanol e acetona. Estes assumem grande importância uma vez que apresentam na sua composição os monómeros dissolvidos, e permitem a sua difusão na dentina. Funcionam como um veículo para a sedimentação dos monómeros no local certo. No entanto, é fundamental eliminar os solventes no protocolo adesivo, pois a sua permanência pode comprometer a polimerização devido à dissolução dos monómeros o que resulta numa plastificação do polímero de resina e redução das suas propriedades mecânicas (Silva e Souza Junior et al., 2010; Pashley et al., 2013; Sezinando, 2014).

A sensibilidade da técnica varia de acordo com o tipo de solvente. Por exemplo a água como solvente apresenta uma maior debilidade quanto à dissolução de monómeros orgânicos, podendo ser colmatado com a adição de um solvente secundário – acetona ou etanol. Para além disso a água demora mais tempo a evaporar e requer maior tempo de secagem. No entanto, a água apresenta uma vantagem nos substratos em que houve desidratação (secagem excessiva da água do substrato), porque permite a re-expansão das fibras colagénicas. A acetona, como solvente isolado, apresenta uma evaporação muito rápida não sendo por isso indicado a sua evaporação o que pode levar a um comprometimento na difusão dos monómeros. O etanol apresenta um tempo de evaporação médio e com melhores resultados quando acoplado à água, ao nível da retenção e durabilidade da interface adesiva (Silva e Souza Junior et al., 2010; Parmar & Ashtana, 2014; Sezinando, 2014).

### 3. Sistemas Adesivos

#### 3.1. Sistemas *Etch-and-Rinse*

Em título de resumo a estratégia adesiva *Etch-and-Rinse* contempla vários passos individualizados. O primeiro passo contempla a aplicação de ácido ortofosfórico, anteriormente descrito, e o passo seguinte contempla a aplicação de um *primer*/adesivo, como só um componente, que se aplica e polimeriza à *posteriori* – técnica de dois passos; ou aplicação de um *primer* e de um adesivo, como componentes isolados, à luz da técnica de três passos (Perdigão, 2009; Sezinando, 2014).

O procedimento adesivo culmina com o objectivo comum de conseguir o enclausuramento micro-mecânico dos monómeros de resina através da infiltração dos mesmos ao longo dos substratos condicionados - fenómeno de capilaridade - conseguido após polimerização do material restaurador. Sem dúvida que a retenção micro-mecânica dos monómeros de resina nas microporosidades do esmalte, sobre a forma de *resin-tags*, continua a ser a melhor exibição de adesão possível sendo considerada o *Gold Standard*. Esta permite fazer o selamento das margens da restauração como também proteger a adesão da dentina, mais suscetível, de possíveis estímulos de destruição hidrolítica (Van Meerbeek et al., 2010; Sezinando, 2014).

Já na dentina o condicionamento é um procedimento complexo na medida em que dissolve e elimina a hidroxiapatite, que protege o colagénio, com o intuito de formar uma camada híbrida que é suscetível à absorção de água. Na dentina a existência de uma ligação química estável entre a resina e a matéria inorgânica remanescente, após condicionamento ácido, contribuiria para a durabilidade de adesão. Este aspecto é ainda um fenómeno débil e com várias lacunas, podendo ser considerada uma das principais falhas da abordagem adesiva *Etch-and-Rinse*. No entanto a tradicional técnica *Etch-and-Rinse* de três passos é ainda hoje considerada o *Gold-standard* da adesão (Van Meerbeek et al., 2010)

É de salientar que o sistema adesivo *Etch-and-rinse* preconiza a aplicação de condicionamento ácido que pode dar origem ao fenómeno de *over-etching*. Este fenómeno é caracterizado pela desmineralização excessiva que dificulta a penetração da resina hidrofílica ao mesmo nível, dando origem a uma ligação de natureza mais fraca (Fleming, 2012)

A técnica de três passos apresenta uma maior durabilidade adesiva quando comparada com a de dois passos. Os adesivos de dois passos comportam-se como uma membrana semipermeável, após a polimerização, pois permitem a contínua presença de água através do fluido dentinário o que resulta em piores propriedades mecânicas e menor força de adesão a longo prazo (Pashley et al., 2013; Sezinando, 2014).

### 3.2. Sistemas *Self-etch*

Os sistemas adesivos auto-condicionantes surgem de modo a simplificar a técnica adesiva apresentando-se sobre duas formas: 1) sistemas de dois passos conhecidos como *primers* auto-condicionantes, onde há a junção da ação desmineralizante com o *primer*, como um componente único seguido da aplicação de um adesivo de natureza hidrofóbica; e 2) sistemas de um único passo denominados por adesivos auto-condicionantes ou simplificados que contempla o ácido, *primer* e adesivo num só componente (Carolina, Fecury, & Belém, 2007; Sezinando, 2014).

Qualquer uma das técnicas acima citadas contempla soluções aquosas constituídas por monómeros com origem em grupos de ácido fosfórico, e/ou ésteres de ácido carboxílico, que se encontram na base da interação com o substrato de dentina e esmalte. Esses monómeros são denominados por monómeros acídicos, por conterem na sua composição grupos funcionais acídicos que interagem com a camada de *smear layer*, incorporando-a na camada híbrida. Estes grupos, para além da sua ação desmineralizante, exibem ainda propriedades hidrofílicas, que permitem a sua infiltração no substrato com libertação de iões fluoreto e transmissão de propriedades antibacterianas. Estas características conferem um aumento da resistência de união à dentina (Van Lunduyt et al., 2008).

A camada de *smear layer* resulta da ação de instrumentação mecânica na dentina e esmalte incluindo matriz colagénica desnaturada, partículas de hidroxiapatite e material orgânico. Este conjunto de estruturas pode interferir no comportamento da resina, nomeadamente na sua infiltração, influenciando a formação correcta da interface resina-dentina (Pashley et al., 2013).

No entanto existem sistemas particulares que possuem outros monómeros, monómeros promotores de adesão ou funcionais, que parecem ser a base da adesão química em dentina. Estes monómeros permitem ligações iónicas estáveis entre os seus

grupos funcionais de carbono ou fosfato dos monómeros funcionais e o Cálcio dos cristais de hidroxiapatite dos tecidos duros - tais como 10-metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato (10-MDP), 4-ácido trimelítico metacriloiloxietil (4-MET), e 4-(dimetilamino) benzoato de 2-etil-hexilo (Fenil-P) com maior grau de estabilidade hidrolítica e menor grau de solubilidade iônica pela mesma ordem apresentada (Van Lunduyt et al., 2007; Van Meerbeek et al., 2011)

Com o objetivo de associar a adesão química à adesão micromecânica, melhorando não só as forças de resistência adesiva, como a qualidade e longevidade da camada híbrida foi desenvolvido e sintetizado um monómero incorporado no *primer* do Clearfil SE Bond 2: o 10-MDP. Este monómero tem a capacidade de formar uma ligação com os cristais hidroxiapatite do esmalte e dentina, aumentando a longevidade da interface adesiva (Fukeygawa et al., 2006).

A água é uma substância fundamental nos sistemas *Self-etch* para ionização dos ácidos aquando da sua ação como auto-condicionantes, tornando essa ligação estável. O monómero funcional 10-MDP parece ser o mais efetivo e mais estável hidroliticamente em ambiente aquoso (Van Meerbeek et al., 2005) comparativamente com os restantes, o que dá origem a uma interface adesiva mais resistente à degradação no tempo (Van Meerbeek et al., 2011; Sezinando, 2014).

Os sistemas *Self-etch* podem ainda ser classificados de acordo com o seu grau de acidez e de desmineralização sendo divididos em fortes, moderados, suaves e ultra-suaves. Os fortes ( $\text{pH} \leq 1$ ) exibem uma micro-morfologia muito semelhante à produzida com os sistemas *Etch-and-rinse* (camadas híbridas com profundidade de desmineralização de cerca de 3 a 4  $\mu\text{m}$ ; moderados ( $1 < \text{pH} < 2$ ) apresentam uma profundidade de desmineralização de cerca de 1 a 2  $\mu\text{m}$  com preservação de hidroxiapatite no limite inferior da camada híbrida; suaves ou *mild* ( $\text{pH} \approx 2$ ) cerca de 1  $\mu\text{m}$  de profundidade ocorrendo desmineralização parcial, enquanto que os ultra-suaves ou *ultra-mild* ( $\text{pH} > 2.5$ ) já atuam contra o conceito tradicional de uma camada híbrida espessa (Van Meerbeek et al., 2010; Van Meerbeek et al., 2011; Sarr et al., 2010)

O grau de desmineralização e interação com o *smear layer* no esmalte e dentina depende do valor do pH do adesivo. Por norma os sistemas *Self-etch* têm uma ação menos desmineralizante que os adesivos *Etch-and-rinse* (Sezinando, 2014).

No esmalte há a considerar que os adesivos *Self-etch* possuem uma capacidade de desmineralização menor comparativamente aos adesivos *Etch-and-rinse*. Estes adesivos auto-condicionantes apresentam uma menor interdifusão mecânica dos monómeros, embora monómeros funcionais, como o 10-MPD, permitam a adesão química com os cristais de hidroxiapatite. O monómero 10-MDP não se mostrou tão efectivo na adesão ao esmalte como é na dentina e, por isso, os fabricantes destes sistemas adesivos recomendam o condicionamento ácido seletivo do esmalte antes da aplicação do *primer* (Van Meerbeek et al., 2011; Sezinando, 2014).

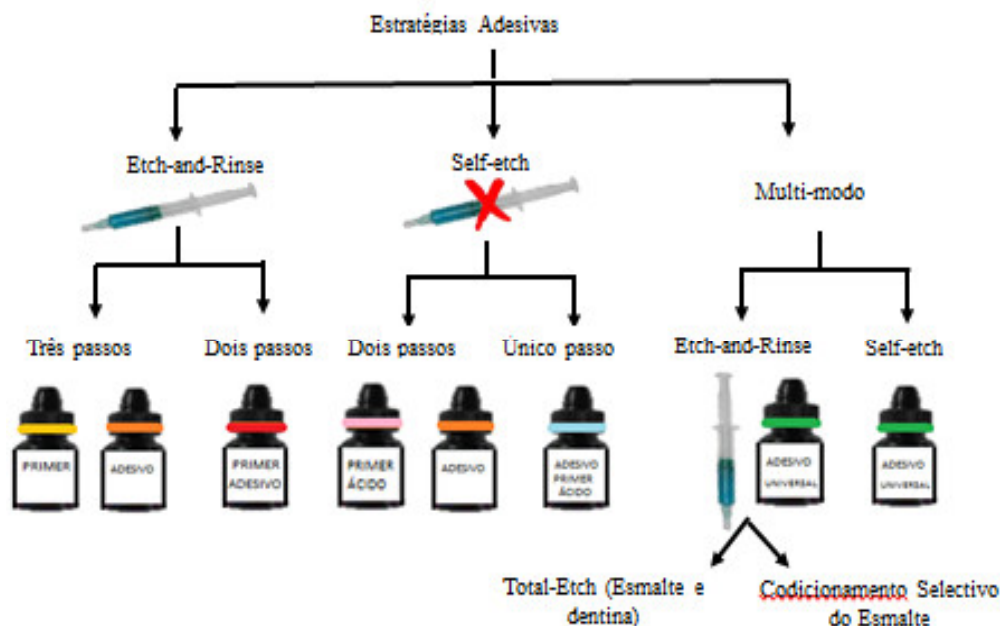
O conceito de *Self-etch* pressupõe a integração da camada de *smear layer* na interface adesiva. A manutenção parcial da camada de *smear layer* parece estar subjacente à diminuição da sensibilidade operatória quando comparado com sistemas *Etch-and-Rinse*. Estudos afirmam que pode estar mais relacionada com a sensibilidade técnica do operador do que propriamente com a técnica adesiva utilizada (Sezinando, 2014).

É evidente que o maior desafio para os sistemas *Self-etch* atuais é remover o *smear layer* sem desmineralizar a superfície dentária, o que implica remover a hidroxiapatite presente. A preservação da hidroxiapatite na dentina adquire particular importância pois não só protege a camada de colagénio de agressões químicas exteriores como também representa um reservatório de cálcio capaz de se ligar ionicamente com os monómeros funcionais (Van Meerbeek et al. 2011; Sezinando, 2014).

Os adesivos *mild self-etch* contêm monómeros com elevada afinidade para hidroxiapatite desmineralizando parcialmente a dentina. Estes cristais permanecem na superfície das fibras de colagénio contrariamente ao que acontece com a estratégia adesiva *Etch-and-rinse*, que é mais susceptível à degradação hidrolítica e enzimática da camada híbrida (Van Meerbeek et al., 2011).

Vários estudos mostram que a utilização dos sistemas adesivos *mild self-etch* tem melhores resultados utilizando um condicionamento selectivo do esmalte. No entanto a possibilidade do ácido afetar a dentina, aquando o condicionamento selectivo, é bastante elevada o que pode levar a uma situação de sobre-condicionamento ou *over-*

*etching* comprometendo a adesão (Van Meerbeek et al., 2011; Gu et al., 2016). As estratégias adesivas encontram-se esquematizadas na Figura 3.



**Figura 3.** Estratégias adesivas na actualidade (Adaptado de Sezinando, 2014).

#### 4. Longevidade da Interface Adesiva e suas características

O grande objetivo da Dentisteria Adesiva é alcançar uma ligação estável e permanente entre os tecidos dentários e o material restaurador. Porém, de acordo com a natureza orgânica e húmida da dentina torna-se desafiante perceber os factores que se encontram na base da verdadeira adesão. O sucesso da adesão é influenciado não só pelo tipo de substrato mas ainda pela qualidade do mesmo – variabilidade morfológica intra-substrato tal como presença de cárie, dentina afectada ou infectada, dentina esclerótida, que repercute para a qualidade da interface adesiva. (Carvalho, Manso, Geraldini, Tay, & Pashley, 2013; Drobac et al., 2015).

Quando falamos em integridade de restaurações adesivas é sempre indissociável o conceito de degradação da camada híbrida associada à estratégia adesiva. Este conceito não é facilmente previsível, e pode ocorrer tanto a longo como a curto prazo. O processo de degradação da camada híbrida deve-se não só à hidrólise das fibras de colagénio, devido à absorção de água, mas também à degradação dos monómeros de resina (Van Meerbeek et al., 2010; Carvalho et al., 2013).

A hidrólise da camada híbrida deve-se em grande parte à penetração de água por meio dos túbulos dentinários o que resulta em baixas resistências adesivas e alterações estruturais (Armstrong et al., 2004).

Tal como referido anteriormente a degradação enzimática é um dos factores preponderantes na degradação da interface. As enzimas endógenas proteolíticas – metaloproteinases dentinárias - atuam ao nível das fibras colagénicas expostas. As metaloproteinases são o principal fator desta degradação. Este fator assume maior preponderância ao nível dos sistemas adesivos *Etch-and-Rinse* uma vez que possuem zonas de desmineralização ácida mais profundas, e consequentemente apresentam maior debilidade quanto à completa infiltração dos monómeros na área desmineralizada, originando zonas colagénicas expostas susceptíveis à degradação (Carvalho et al., 2013).

Cada uma das diferentes estratégias adesivas assume um comportamento característico. Vários estudos foram feitos para comparar longevidade das forças adesivas a longo prazo. Os sistemas *Etch-and-rinse* mostram ser uma técnica extremamente sensível tendo como consequência o *over-etching*. Porém é a técnica adesiva com melhores resultados a médio e longo prazo (Loguercio et al. 2007)

Os sistemas adesivos *Self-etch*, embora de mais fácil utilização, têm uma menor força adesiva ao longo do tempo. As vantagens destes sistemas adesivos são: a não exposição dos túbulos dentinários, a menor sensibilidade pós-operatória (Loguercio et al., 2007) e um tempo de aplicação menor. Deste modo, os sistemas *Self-etch* apresentam-se como os sistemas adesivos mais atrativos clinicamente (Van Meerbeek et al., 2005; Sarr et al., 2010).

Carvalho e seus colaboradores (2016) estudaram a aplicação de monómeros hidrofóbicos imediatamente a seguir à aplicação de *primer* de Optibond FL, sistema adesivo *Etch-and-rinse* de três passos – Optibond FL. Este reduz a sua hidrofília na interpenetração ao longo do substrato assegurando uma elevada conversão dos componentes monoméricos na interface resina-dentina. Resulta no aumento da qualidade e integridade da interface adesiva com redução da taxa de degradação hidrolítica. Após 1 ano de armazenamento, o mesmo sistema não sofreu alterações na resistência adesiva revelando no último período de avaliação uma resistência adesiva ainda superior (Carvalho et al., 2016).

O sistema adesivo Clearfil SE Bond 2 (Kuraray, Noritake Dental, Japan), de dois passos possui um adesivo com 10% de partículas de carga que permite a formação



de uma camada híbrida com maior espessura. Esta camada híbrida mais espessa é também uma camada mais flexível e com maior capacidade de absorção das tensões de stress geradas entre o compósito e dentina (Van Meerbeek et al., 2005). Quando comparado com outros sistemas adesivos este apresenta uma sobrevivência das restaurações com cerca de 93%, valor idêntico à da técnica convencional *Etch-and-rinse* de três passos, 96,7% (Loguercio et al., 2007).

Apesar dos sistemas *Etch-and-Rinse* apresentarem melhor comportamento clínico muitos profissionais optam por materiais mais simplificados de modo a diminuir o *setting de* consulta agilizando o tempo de consulta. A longevidade dos sistemas *Self-etch* parece depender da qualidade dos monómeros adesivos, do grau de acidez e da capacidade de infiltração do *primer*/adesivo (Carvalho et al., 2016)

É importante ainda referir que aquando do processo de polimerização do compósito, existindo um contacto com o ar, ocorre interação entre o oxigénio diminuindo a sensibilidade do compósito à fotopolimerização ocorrendo interferência ou um atraso na polimerização da restauração – formação de uma camada de oxigénio de inibição na superfície da restauração que afeta o prognóstico da integridade do compósito no tempo. Esta camada de inibição reflete-se na diminuição da dureza da superfície, da resistência ao desgaste e da adaptação marginal das restaurações (Park & Lee, 2011; Kinzer, 2016).

Vários procedimentos clínicos têm sido propostos para aumentar a adesão na dentina a curto e longo prazo tais como: técnica *Ethanol wet-bonding*, maior tempo de aplicação de adesivo, utilização de ar quente para aceleração da evaporação de solventes, utilização de inibidores de enzimas proteolíticas, uso de monómeros que promovam ligação ao colagénio – *cross linkers* – esfregar o adesivo aquando da sua aplicação (Carvalho et al, 2013).

A técnica *ethanol wet-bonding* é uma estratégia que tem sido proposta com o intuito de aumentar a durabilidade da camada híbrida. O etanol possibilita a desidratação química da matriz de dentina após o seu condicionamento reduzindo o teor de água presente. Este origina uma contracção fibrilar colagénica com redução dos espaços entre as fibras de colagénio e, por sua vez, uma diminuição da hidrofília presente na matriz de colagénio (Pashley et al., 2013). Para além disso desempenha um papel importante ao nível da molhabilidade de superfície, aumentando-a. A molhabilidade é a capacidade de um líquido estabelecer contacto com um substrato sólido, que é avaliada pelo seu ângulo de contato em que quanto mais próximo de zero

melhor é a molhabilidade do substrato (Li, Liu, Zhang, Kang, & Chen, 2012; Anusavice, Shen, Rawls, 2013)

Na verdade, apesar das inúmeras pesquisas para aumentar a durabilidade da interface adesiva, nenhuma técnica adesiva tem ainda a capacidade de resistência total à degradação enzimática e hidrolítica (Van Meerbeek et al., 2010).

Com base nos estudos de Van Meerbeek e seus colaboradores (2005) é possível usar um sistema *Self-etch* como *Etch-and-rinse* adicionando-lhe um passo de condicionamento ácido, também será igualmente possível estudar a efectividade de usar um sistema *Etch-and-rinse* como *Self-etch* eliminando o condicionamento como passo individual. Para tal terá que existir um componente que permita desmineralizar o substrato comportando-se como ácido.

Existem no mercado inúmeros *primers* ácidos com monómeros ácidos presentes responsáveis pela desmineralização do substrato, exposição dos túbulos dentinários e infiltração da resina (Giannini et al., 2015). O Optibond FL possui na sua composição um monómero ácido glicerol fosfato dimetacrilato - GPDM – com afinidade para a dentina (Bahillo et al., 2013; Armstrong et al., 2004). Este monómero parece adoptar um comportamento análogo a um monómero ácido com afinidade para o elemento cálcio da hidroxiapatite dentinária (o mais próximo possível de uma adesão química encontrada em sistemas adesivos com monómeros funcionais como os sistemas *Self-etch*) sendo por isso viável a sua aplicação sobre uma estratégia adesiva *Self-etch* (Bahillo, Roig, Bortolotto, & Krejci, 2013) Para além disso seu primer apresenta um valor de 1,9 pelo qual é possível integrá-lo no patamar das estratégias *mild self-etch* com pH próximo de 2 (Bahillo et al., 2013; Drobac et al., 2015).

Deste modo surge a necessidade de estudar mais aprofundadamente como se expressa esta característica do Optibond FL e perceber se existe viabilidade para a sua aplicação clínica.

## 5. Resistência Adesiva de União

A resistência adesiva de união pode ser mensurada de várias formas seja quanto ao tamanho e tipo de partículas do material restaurador adesivo, seja pelo tipo de sistema adesivo utilizado, ou pela formação da camada híbrida e sua qualidade, que influenciará a resistência de união no tempo (Cecchin et al., 2008; “Nanotecnologia”, s.d.).

### 5.1. Teste de Microtração (*micro-tensile*)

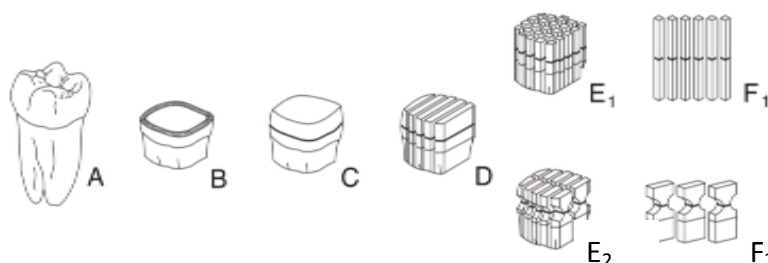
O ensaio ou teste de microtração é um tipo de ensaio mecânico, *in vitro*, que nos permite avaliar as resistências adesivas dos materiais odontológicos e perceber o seu comportamento, traduzindo-as em valores que podem ser analisados estatisticamente. Este teste veio colmatar as falhas dos testes convencionais de resistência – tração e cisalhamento utilizados até ao final da década de 90 (Ribeiro, Vale, Silva, & Fernandes, 2013; Armstrong et al., 2016).

Desde o início da década de 1980, Van Noort começou a questionar as metodologias de estudo da resistência adesiva ponderando a influência da área da amostra e a força da carga utilizada para teste. Verificou que a propagação do stress exercido nas amostras se concentrava mais no centro das mesmas aquando a diminuição da sua área. No estudo de Della Bona & Van Noort (1995) verificou-se o aumento de falhas coesivas em dentina associadas à utilização dos testes convencionais de cisalhamento e tração. No entanto, no teste de tração foram exclusivamente observadas falhas adesivas representando por isso melhores resultados tornando-o mais apropriado para estudo da interface adesiva.

Surge assim uma nova metodologia desenvolvida pela primeira vez por Sano et al. em 1994 conhecida por ensaio de microtração. Deste modo, confirmando os estudos de Van Noort, os autores constatarem uma relação inversa entre a resistência adesiva e a área adesiva – quanto menor a área menor a ocorrência de fraturas coesivas em dentina. Esta constatação veio ainda constatar a teoria de Grittith, primeiramente descrita em 1920, que afirma que quanto maior é a área da amostra maior a probabilidade de defeitos intínsecos do substrato com maior propagação das tensões com consecutivas fraturas (Camargo, Silveira, Delfino, Zaroni, & Matos, 2007; Ribeiro et al., 2013).

Existem duas possíveis técnicas de preparação de amostras quanto à sua geometria – *trimming* e *non-trimming*. Sakek et al. (2004) verificaram a influência do tamanho e formato das amostras na resistência adesiva das mesmas. A preparação das amostras sobre a técnica *trimming*, ou em forma de ampulheta, parece ser mais suscetível a fraturas precoces à ruptura da sua interface adesiva, por estarem sujeitas a um stress crítico aquando o estrangulamento do centro das amostras. Essas fraturas

sobre trincas ou falhas na avaliação ao microscópio e uma menor resistência adesiva. Desse modo a técnica **non-trimming** parece exibir melhores resultados pelo que se encontra indicada (Ribeiro et al., 2013)



**Figura 4.** Esquema ilustrativo do protocolo de preparação de corpos de prova sobre duas diferentes técnicas. E1/F1 – Técnica Non-Trimming; E2/F2 – Técnica Trimming. (Adaptado de Camargo et al., 2007)

O ensaio de microtração apresenta como vantagens: uma maior taxa de fraturas adesivas, mensuração de valores de união superior aos testes convencionais, possibilidade de mensurar a resistência adesiva por regiões, cálculo da média e desvio padrão por dente – dente constitui uma unidade experimental, capacidade de testar áreas muito diminutas, economia do teste por amostras (por um único dente/amostra obtém-se vários espécimes) e facilidade da sua análise em microscópio ótico ou de varrimento (Van Meerbeek, 2011; Armstrong et al., 2010; Ribeiro et al., 2013).

Como desvantagem constata-se a dificuldade de preparação das amostras e a sensibilidade da técnica pela fragilidade dos espécimes, necessidade de equipamentos especiais para preparação e manipulação das amostras, dificuldade na mensuração de valores inferiores a 5 MPa e na padronização das falhas precoces para a análise estatística; fácil desidratação e danificação dos espécimes e dificuldade na categorização das falhas pré-teste (Armstrong et al., 2010; Ribeiro et al., 2013).

Quando ocorrem fraturas precoces em microtração, que se revelem por falhas coesivas no substrato ou material resinoso, podem ser justificadas pela sensibilidade da técnica (dificuldade em manipular corpos-de-teste de pequenas dimensões) e possíveis falhas intrínsecas do substrato ou dos materiais resinosos, como bolhas de ar ou

microfissuras que se tornam fontes de propagação de stress (Meerbeek, 2010b; Camargo et al, 2007; Ribeiro et al., 2013).

Existem ainda diversos fatores que podem influenciar os valores de resistência de união tais como: a fixação ou não das amostras no momento do ensaio, a inclinação e posição da interface adesiva, a integração do substrato, o corte das amostras, entre outros (Camargo et al., 2007; Ribeiro et al., 2013).





O ensaio de microtração apresenta-se com uma enorme versatilidade de aplicação e com uma sensibilidade de mensuração de valores mais fidedigna. É expresso em megapascals (MPa) calculado a partir da força aplicada no momento de ruptura em newtons (N) sobre a área da interface adesiva em milímetros quadrados ( $\text{mm}^2$ ). É ainda hoje uma metodologia que não se encontra totalmente padronizada existindo portanto ainda controvérsia na comparação de resultados de acordo com os inúmeros protocolos aplicados (Camargo et al., 2007; Van Meerbeek, 2010; Ribeiro et al., 2013).

Porém, após variados estudos com intuito de encontrar a melhor metodologia para o teste de microtração, Armstrong e seus colaboradores, 2016, resolveram elaborar um guia para a execução do teste de microtração ( $\mu$ TBS) de modo a padronizar e facilitar a técnica reduzindo o erro estatístico da resistência adesiva e possíveis falhas prematuras associadas ao mesmo ensaio. Este protocolo é referido em detalhe no seguinte capítulo dos Materiais e Métodos.

## **5.2. Análise do padrão de Fratura**

Como complemento do teste de microtração surge a avaliação do padrão de fratura dos espécimes. Graças ao auxílio da observação microscópica óptica ou com lupa estereoscópica consegue-se analisar o padrão de fratura e chegar a uma conclusão. O padrão de fratura ou falha apresenta quatro categorias: adesiva, caso ocorra separação total entre o substrato – dentina - e resina); coesiva em dentina quando a falha ocorre em dentina, coesiva em compósito quando exclusiva da superfície de resina, e mista que resulta da combinação da falha coesiva e da adesiva, falha que ocorre na interface adesiva contendo resina ou dentina, representadas na Tabela 1 (Ahn et al., 2014).

**Tabela 1.** Classificação do padrão de fratura de acordo com a sua localização

<i>Tipo de Fratura/Falha</i>	<i>Localização</i>
<i>Adesiva (A)</i>	 <p>Fratura na interface dentina-resina</p>
<i>Coesiva em Dentina (CD)</i>	 <p>Fratura em dentina</p>
<i>Coesiva em Resina (CR)</i>	 <p>Fratura em resina</p>
<i>Mista (M)</i>	 <p>Na interface adesiva incluindo resina ou dentina</p>

## 6. Caracterização da Interface Adesiva

### 6.1. Microscopia Eletrónica de Varrimento

Uma das ferramentas mais usadas para caracterizar morfologicamente a união entre superfícies dentárias e materiais restauradores é a microscopia eletrónica de varrimento. Permite analisar a morfologia da superfície e perceber o comportamento dos sistemas adesivos *Etch-and-rinse* e *Self-etch* (Drobac et al., 2015).

É uma metodologia que permite a obtenção de imagens de vários substratos com alta resolução. Contrariamente à microscopia ótica (MO), que revela as imagens com recurso à luz visível a Microscopia Eletrónica de Varrimento (MEV) processa as imagens graças à ação de eletrões. Esta característica permite uma maior magnificação (maior que 100 000) e progressão no campo de imagem (profundidade cerca de 100x maior que observado com MO) (Materials Evaluation and Engineering Inc, 2016).

A utilização deste equipamento requer a familiarização de um protocolo de preparação e análise de amostras para a sua aplicação, que será enunciado também seguidamente no capítulo de Materiais e Métodos.

## **II. OBJETIVOS**

Comparar as forças adesivas do sistema adesivo Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA) sobre vários protocolos adesivos, com o Clearfil SE Bond 2 (Kuraray, Noritake Dental Inc, Tokyo, Japan),

Avaliar morfológicamente o desempenho desmineralizante dos diferentes Sistemas Adesivos com recurso a MEV (Microscopia Electrónica de Varrimento).

## **III. HIPÓTESES DE ESTUDO**

### Hipótese Nula 1

Não existem diferenças significativas nas resistências adesivas à microtração em dentina sobre várias estratégias adesivas com Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA) e Clearfil SE Bond 2 (Kuraray, Noritake Dental Inc, Tokyo, Japan).

### Hipótese Alternativa 1

Existem diferenças significativas nas resistências adesivas à microtração em dentina perante sobre várias estratégias adesivas com Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA) e Clearfil SE Bond 2 (Kuraray, Noritake Dental Inc, Tokyo, Japan).





## **IV. MATERIAIS E MÉTODOS**

### **1. Seleção, limpeza e armazenamento dos dentes**

No presente estudo foram utilizados dezoito molares hígidos (isentos de cárie e de qualquer tipo de restauração) recentemente extraídos por indicação terapêutica, não armazenados há mais do que 6 meses. Removeu-se todo o tecido orgânico existente em cada um dos dentes, após respetiva extração, com recurso a uma cureta cirúrgica, tendo sido os mesmos armazenados numa solução de Cloramina tri-hidratada a 0,5% por um período de tempo não superior a uma semana e posteriormente guardados em água destilada a uma temperatura de 4°C. (ISO 11405, 2003).

Os dentes foram divididos em dois grupos de acordo com o tipo de avaliação, representado na Tabela 2.

#### **Grupo I (24 Horas após)**

**OFL1.** Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA), segundo as instruções do fabricante, (grupo controlo), (grupo controlo), n =5;

**OSE1.** Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA), sem condicionamento ácido prévio com ácido ortofosfórico 37,5 %, segundo as instruções do fabricante, n=5.

**CSE1.** Clearfil SE Bond 2 (Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japan), segundo as instruções do fabricante, n=5.

#### **Grupo II (Análise com Microscopia Electrónica de Varrimento após 24 Horas protocolo adesivo)**

**OFL2.** Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA), segundo as instruções do fabricante, (grupo controlo), n =1;

**OSE2.** Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA), sem condicionamento ácido prévio com ácido ortofosfórico 37,5 %, segundo as instruções do fabricante n=1.

**CSE2.** Clearfil SE Bond 2 (Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japan), segundo as instruções do fabricante, n=1.

**Tabela 2.** Distribuição das amostras por grupos de estudo.

<b>GRUPO I (24H)</b>	<b>GRUPO II (24H com MEV)</b>
<b>Avaliação da Resistência Adesiva, n=15</b>	<b>Avaliação do Potencial de desmineralização, n=3</b>
<b>OFL1, n=5</b>	<b>OFL2, n=1</b>
<b>OSE1, n=5</b>	<b>OSE2, n=1</b>
<b>CSE1, n=5</b>	<b>CSE2, n=1</b>

## **2. Material**

Utilizámos o Sistema Adesivo Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA) e Clearfil SE Bond 2 (Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japan), resinas compostas Filtek Z250 (3M ESPE) na cor A2 e molares humanos hígidos extraídos em número total de 18 dentes cedidos pelo Banco de Dentes do Instituto Superior de Ciências da Saúde Egas Moniz, autorizado pela Comissão Ética (Anexo 1).

Usámos o micrótomo de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Dinamarca) e máquina LaboPol- 4® (WS Struers 18-B, Dinamarca). Por fim será usado Microscópio Eletrónico de Varrimento – Feg-SEM (JEOL, JSM-7001F, USA) para avaliar a interface de desmineralização alcançada.

Tabela 3. Composição dos materiais utilizados.

<b>Tipo de Material</b>	<b>Nome do Produto</b>	<b>Fabricante Lote Validade</b>	<b>Composição</b>
<b>Gel de Condicionamento ácido</b>	Gel Etchant	Kerr Corporation, Orange, CA, USA Lot. 6287696 01-2020	37,5 % ácido ortofosfórico <b>(pH= 0,1-0,4)</b>
<b>Sistema Adesivo Etch-and-Rinse 3 Passos</b>	Optibond FL	Kerr Corporation, Orange, CA, USA Lot. Primer 6230675 Lot. Bond 6261643 Primer 01-2019 Bond 08-2018	<u>Primer (pH=1,9)</u> HEMA, GPDM, MMEP, água, álcool, conforoquinona (CQ), BHT <u>Bond</u> - Bis-GMA, HEMA, GDMA, CQ, ODMAB, 48 % partículas de carga inorgânica, ácido silícico pirogênico, aluminoborosilicato, fluorossilicato de sódio.
<b>Sistema Adesivo Self-etch 2 Passos</b>	Clearfil SE Bond 2	Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japan Lot. Primer 7U0046 Lot. Bond 7V0069 Primer 31-10-2019 Bond 30-11-2019	<u>Primer (pH ≈2)</u> 2-HEMA, 10-MPP, água, amina alifática hidrofílica, (CQ) e aceleradores. <u>Bond</u> Bis-GMA, 2-HEMA, 10-MDP, amina alifática hidrofóbica, sílica coloidal, CQ, iniciadores e aceleradores.
<b>Resina Composta Directa</b>	Filtek Z250	3M ESPE Lot. N861035 01-2020	Bis-GMA,UDMA, TEGDMA, Bis-EMA, 60% zircônio/sílica

### 3. Métodos

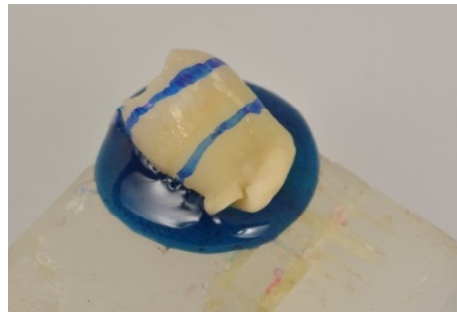
#### 3.1. Protocolo de Preparação da amostra

A preparação teve por base o protocolo de preparação sugerido por Armstrong e seus colaboradores (2016) que se encontra organizado por várias etapas entre elas a seleção de amostras, condições de armazenamento, preparação das amostras e seção das mesmas para obtenção de corpos-de-prova finais sobre a forma de “palitos” ou espécimes.

Iniciou-se com a fixação dos dentes num suporte acrílico com silicone aquecido impossibilitando a deslocação da amostra aquando o corte dos tecidos. Foram marcadas duas linhas de referência de separação para corte da porção radicular imediatamente 2 mm abaixo da junção amelo-cementária (JAC) com exposição da dentina oclusal média por meio de um corte do esmalte coronário. O corte das porções delimitadas foram feitos perpendicularmente ao longo eixo do dente recorrendo ao micrótomo de corte de tecidos duros (Accutom-50 Struers A/S, Ballerup, Dinamarca). A câmara pulpar foi limpa e selada com cola de cianocrilato.



**Figura 6.** Fixação do dente e delimitação da área de interesse



**Figura 5.** Seleção do dente molar hígido para corte em micrótomo.



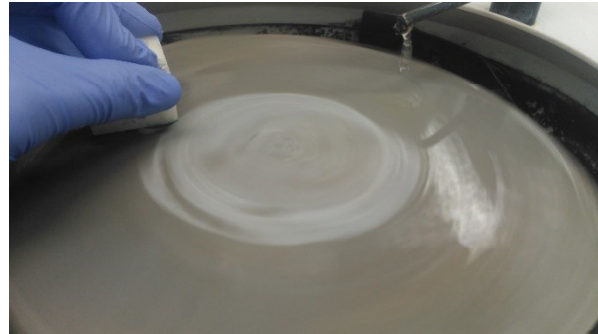
**Figura 7.** Corte da área de dentina média para aplicação do sistema adesivo.



Procedeu-se ao polimento húmido da substrato de dentina através de um disco de lixa de SiC de granulação de 600 (Buehler, Lake Bluff, IL, USA) por um período de 60 numa máquina polidora (LaboPol-4, Struers, A/S, Ballerup, Denmark) com o intuito de eliminar o esmalte remanescente, criar uma superfície de dentina paralela e uniforme e criar *smear layer* adequado ao estudo da adesão.



**Figura 8.** Máquina Polidora (LaboPol-4, Struers, A/S, Ballerup, Denmark).



**Figura 9.** Formação de smear layer com lixa de SiC de grão 600.

Certificou-se que todo o tecido de esmalte foi removido recorrendo a intensidade da luz do microscópio ótico ou aplicação de ácido fosfórico na superfície cerca de 3 a 5 segundos para confirmar.

### Grupo I (24H)

**OFL1.** Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA), segundo as instruções do fabricante, (grupo controlo), n=5.

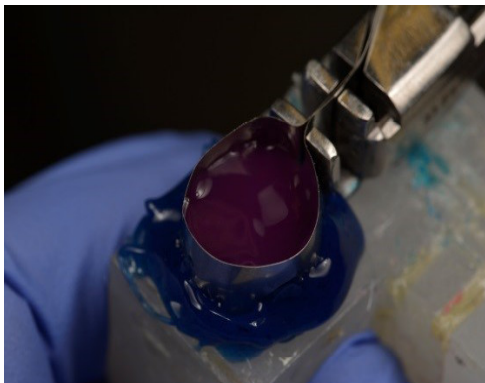


**Figura 10.** Sistema Adesivo Optibond FL

Iniciou-se com o condicionamento ácido da face oclusal com ácido ortofosfórico a 37,5% durante cerca de 15 segundos. Lavagem abundante com jacto de água, por 15 segundos como indica o fabricante. Secagem suave com jacto de ar durante 5 segundos, sem desidratar a dentina.

Aplicação do *primer* por cerca de 15 segundos com movimentos de fricção utilizando um *microbrush* descartável. Secagem com leve jacto de ar durante 5 segundos observando uma superfície de dentina brilhante. Seguiu-se a aplicação do adesivo sobre o substrato formando uma fina camada com ajuda de um ligeiro sopro de ar de modo a espalhar por toda a superfície e margens do substrato da restauração, de modo homogêneo.

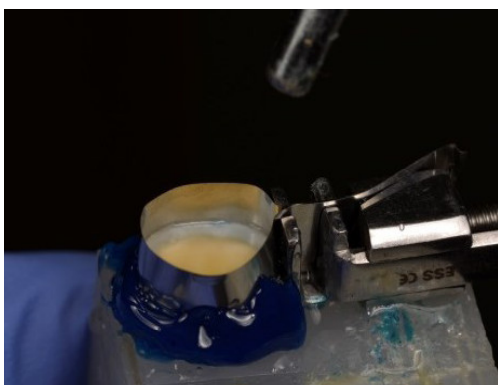
Por fim procedeu-se à fotopolimerização com luz LED, Elipar DeepCure-S (3M ESPE, St Paul, MN, USA) durante 20 segundos com intensidade de 1400 mW/cm<sup>2</sup>. Deve ser feita entre incrementos, durante 20 segundos com um equipamento emissor de luz com potência compreendida entre 500 e 2000 mW/cm<sup>2</sup> com espectro radial.



**Figura 11.** Condicionamento ácido com Gel Etchant 37,5%.



**Figura 12.** Lavagem da superfície dentária com jacto de água.



**Figura 13.** Secagem da superfície dentária com leve sopro de ar.



**Figura 14.** Aplicação do *primer* na superfície com microbrush descartável.



**Figura 15.** Aplicação do adesivo do dispensador.



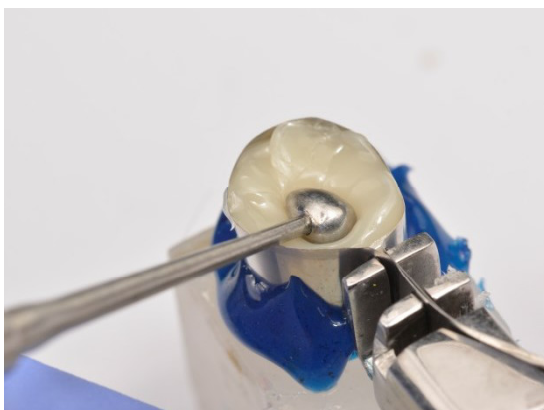
**Figura 16.** Aplicação do adesivo com *microbrush* descartável.



**Figura 17.** Fotopolimerização do adesivo.



**Figura 18.** Resina Composta Microhíbrida, Filtek Z250 (3M ESPE).

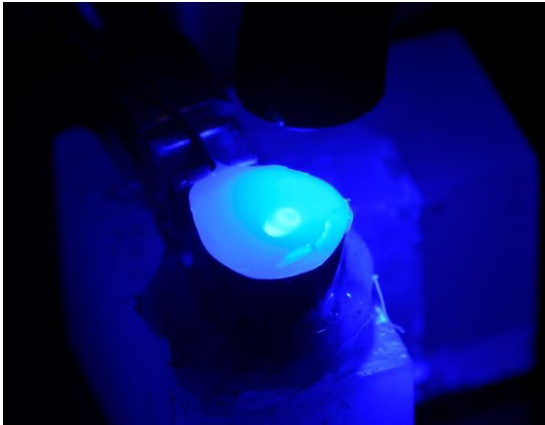


**Figura 19.** Condensação da resina composta



**Figura 20.** Aplicação de uma camada de glicerina





**Figura 21.** Fotopolimerização final da camada de glicerina.



**Figura 22.** Fotopolimerizador Elipar Deep-Cure-S (3M ESPE)

**OSE1.** Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA), segundo as instruções do fabricante, sem condicionamento ácido prévio com ácido ortofosfórico 37,5%, n=5.



**Figura 23.** Sistema Adesivo Optibond FL, sem ácido ortofosfórico 37,5 %.

O procedimento teve início com a aplicação do *primer* por cerca de 15 segundos com movimentos de fricção utilizando um *microbrush* descartável. Secagem com leve jacto de ar durante 5 segundos observando uma superfície de dentina brilhante. Seguiu-se a aplicação do adesivo sobre o substrato formando uma fina camada com ajuda de um ligeiro sopro de ar de modo a espalhar por toda a superfície e margens do substrato da restauração, de modo homogêneo. Por fim procedeu-se à fotopolimerização com luz LED, Elipar DeepCure-S (3M ESPE, St Paul, MN, USA) durante 20 segundos com intensidade de 1400W.



**CSE1.** Clearfil SE Bond 2 (Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japan) segundo as instruções do fabricante, n=5.



**Figura 24.** Sistema Adesivo Clearfil SE Bond 2.

Toda a estratégia adesiva no presente grupo teve por base as indicações do fabricante para o sistema adesivo em questão.

O protocolo tem assim início com a aplicação do *primer* em todo o tecido com *microbrush* descartável por cerca de 20 segundos. Seguiu-se a secagem do substrato com sopro de ar durante 5 segundos utilizando o aspirador de modo a prevenir a deslocação do *primer* do local aplicado.

Procedeu-se a aplicação do adesivo com auxílio de um *microbrush* secando levemente a superfície para promover a formação de uma fina camada. Fotopolimerização do adesivo durante 10 segundos, segundo a indicação do fabricante.

Finalizaram-se todas as estratégia adesivas descritas anteriormente com a restauração dos dentes. Procedeu-se ao isolamento do dente com porta-matriz *Tofflemire* e matriz metálica de modo a condensar uniformemente o material restaurador. Seguiu-se a aplicação de resina composta Filtek Z250 (3M ESPE, St Paul, MN, USA), na cor A2 em 3 incrementos (2 incrementos de 2 e 1 incremento de 1 mm) perfazendo a altura de 5 mm, fotopolimerizando cada incremento durante 20 segundos representado na figura 18 e 19.

Seguiu-se a aplicação de uma camada de glicerina fotopolimerizada durante 40 segundos, e depois removida com lavagem, representado nas Figuras 20 e 21 (Park & Lee, 2011). Delimitou-se o substrato de esmalte, por meio de uma linha de referência

com um marcador azul de modo a destacar os palitos de dentina, não pintados, representado nas figuras 28 e 31.

A altura da amostra dente-restauração deve ser controlada com uma sonda periodontal graduada de modo a obter uma altura viável para fixação dos corpos-de-prova nos Jigs metálicos de *Geraldeli* aquando teste de microtração. fotopolimerização é controlada por um radiómetro, entre cada dente, integrado no aparelho fotopolimerizador utilizado, Elipar Deep-Cure-S (3M ESPE, St Paul, MN, USA), garantindo a mesma intensidade em todo o procedimento restaurador.



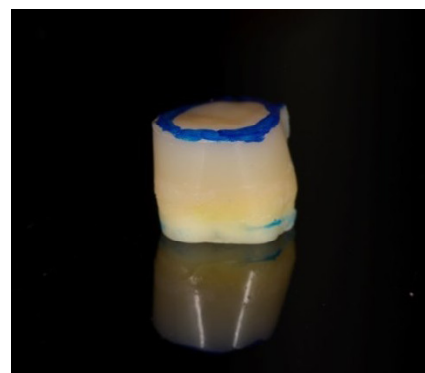
**Figura 25.** Aplicação do *primer* na superfície dentária com posterior evaporação do solvente.



**Figura 26.** Aplicação do adesivo com posterior fotopolimerização.



**Figura 27.** Fotopolimerizador Elipar Deep-Cure-S e radiómetro (3M ESPE).

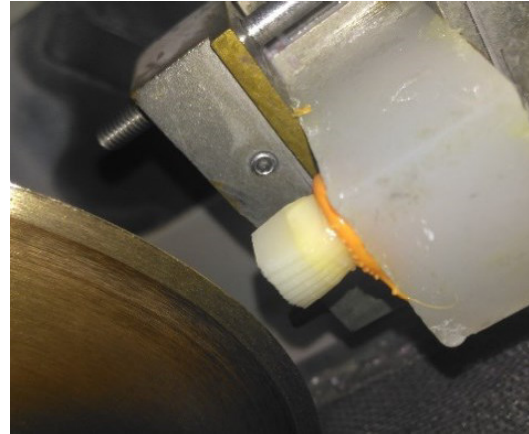


**Figura 28.** Complexo dente-resina com delimitação do substrato de esmalte.

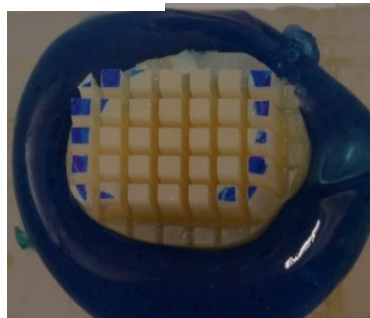
Após os protocolos adesivos dos subgrupos acima enunciados procedeu-se ao corte dos dentes seccionando-os em palitos/espécimes. Para tal isolou-se cada dente individualmente num suporte de acrílico com silicone aquecido programando o micróto mo para corte do dente nos seus dois eixos, X e Y, com seção transversal de  $1\pm0,2\text{ mm}^2$ .



**Figura 29.** Micróto mo de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Dinamarca).



**Figura 30.** Preparação para corte no eixo x.



**Figura 31.** Obtenção da amostra em inúmeros palitos /espécimes, descartando os pintados de azul.



**Figura 32.** Estufa.



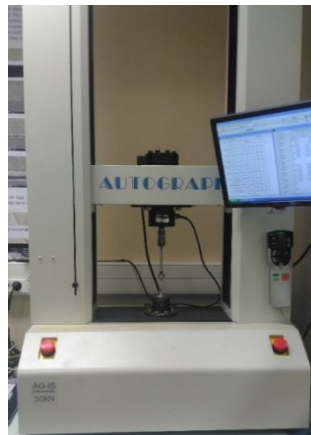
**Figura 33.** Palitos de resina e dentina.

Para o ensaio de microtração foi feita a fixação dos palitos pelas suas extremidades num jig de aço inoxidável de *Geraldeli* com recurso a cola de cianocrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA) deixando a interface adesiva no centro sem contacto com a cola. Os palitos não podem desidratar até serem testados pelo que permaneceram submersos em água desionizada. As falhas pré-teste por envelhecimento das amostras em estufa, foram ainda contabilizadas, quando se verificaram.

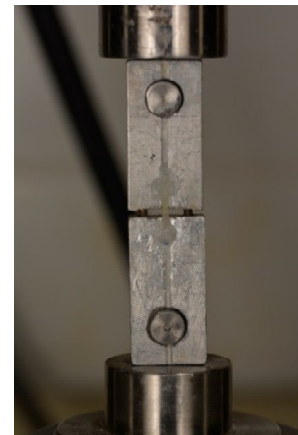
Programou-se a máquina de testes universais (Shimadru Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) a uma velocidade de força aplicada de 1mm/minuto até ocorrer ruptura do espécime.



**Figura 36.** Cola de cianocrilato.



**Figura 34.** Máquina de Testes Universais.



**Figura 35.** Palito fixado no Jig de *Geraldeli*.

Com o auxílio de uma craveira digital (Storm Digital Caliper CDC/N 0-150mm, Pontoglio, BS, Italy) representada na Figura 37, procedeu-se à medição das áreas das interfaces adesivas, calculada em  $\text{mm}^2$ . A partir dos valores de força aplicada em newtons (N) sobre os valores de área adesiva ( $\text{mm}^2$ ) é possível obter os valores de resistência adesiva expressa em megapascals (MPa).

O dente, tal como referido anteriormente, consiste numa unidade experimental pelo que os valores das médias das resistências adesivas dos palitos testados serão associados aos dentes como unidades individuais, contabilizando ainda as falhas prematuras para análise estatística.

De seguida, com auxílio de Lupa Estereoscópica (Figura 38) foi analisado o padrão de fratura de cada palito classificando-as de acordo com o local em que ocorreram - coesivas em dentina ou resina, mistas e/ou adesivas.



**Figura 37.** Craveira digital.



**Figura 38.** Lupa Estereoscópica.

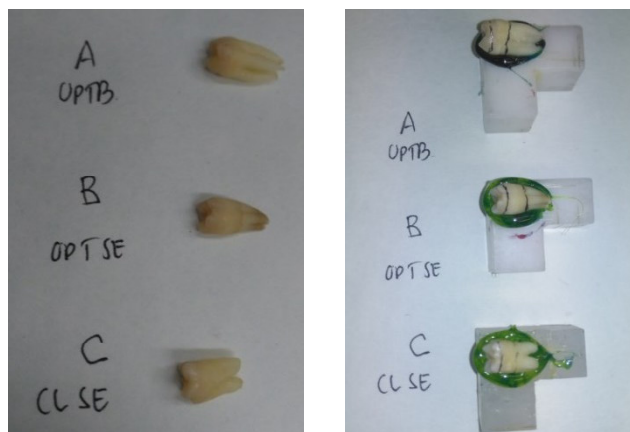
Todas as amostras que se deslocaram do suporte de fixação aquando da sua seção foram consideradas falhas pré-teste. As falhas pré-teste ou prematuras constituem falhas que ocorrem previamente ao ensaio de microtração e que não podem ser atribuídas ao operador sendo, no entanto, incluídas na análise estatística.

Como pré-requisitos da aplicação deste método temos um número mínimo de 5 dentes/amostras por cada grupo experimental com um mínimo de 15 palitos por cada amostra. As falhas pré-teste devem ser quantificadas com metade do menor valor de resistência adesiva de cada amostra/dente.

### **3.2. Protocolo de Preparação das amostras para caracterização morfológica com Microscopia Eletrónica de Varrimento**

De modo a caracterizar morfológicamente a interface adesiva preparou-se 1 amostra de cada grupo experimental, segundo o mesmo protocolo, dando origem ao segundo grupo de estudo – OFL2 (n=1), OSE2 (n=1) e CSE2 (n=1)





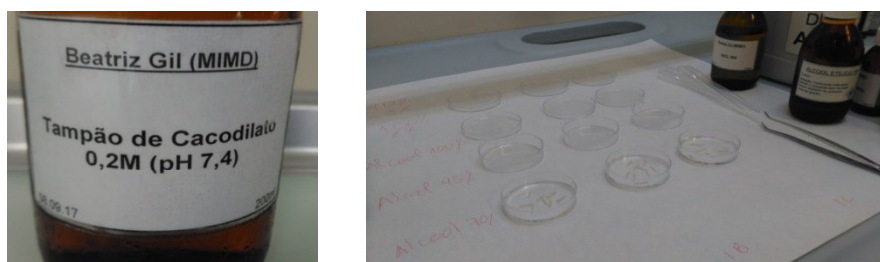
**Figura 39.** Preparação das amostras para avaliação com MEV.

Perdigão e seus colaboradores (1995) estudaram a necessidade de desidratação do substrato de dentina para avaliação com Microscopia Eletrônica de Varrimento estabelecendo para tal um protocolo de preparação dos palitos de dentina, que deve contemplar um processo de **fixação, desidratação e metalização**.

A etapa de **fixação** teve início com a submersão dos palitos numa solução de glutaraldeído a 2,5% e 0.1 M de tampão de cacodilato de sódio (pH = 7,4) a 4°C durante 24 horas e posteriormente submetidas a um banho de 0,2 M de tampão de cacodilato de sódio (pH = 7,4) durante 1 hora em 3 banhos diferentes de 20 minutos.



**Figura 40.** Soluções fixadoras.



**Figura 41.** Último passo de fixação e montagem das amostras em *Hotte*.

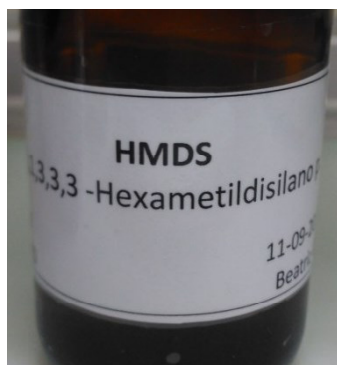
Seguiu-se a etapa de **desidratação**, na *hotte*. Após o período de 1 hora descrito anteriormente, as amostras foram lavadas durante 1 minuto em água destilada.

De seguida procedeu-se à desidratação em níveis ascendentes de álcool etílico (70% durante 20 minutos, 95% durante 20 minutos e 100% em três banhos diferentes de 30 minutos). Os palitos foram depois expostos a um banho de 1 minuto de 6N HCl e 10 minutos de 10% de NaOCl.



**Figura 42.** Crescente concentração de álcool etílico para desidratação dos espécimes.

Por fim os palitos foram submersos no reagente HMDS (hexametildisilano) em 2 banhos diferentes de 10 minutos e deixados secar à temperatura ambiente, em papel absorvente, durante 24 horas.



**Figura 43.** Reagente Hexametildisilano.

As amostras foram seguidamente **metalizadas** num porta-amostras de alumínio, com fita-cola de carbono dupla face. De seguida foi depositado um filme fino (~20nm) de Au/Pd (Ouro/Paládio) num *sputter coater* da Quorum Technologies, modelo QT150 ES. Por fim as amostras seguras para análise num Feg-SEM da JEOL, modelo JSM-7001F.



**Figura 44.** Montagem dos palitos metalizados sobre fita de carbono dupla-face.



**Figura 45.** Microscópio Eletrônico de Varrimento com emissão de campo - Feg-SEM (JEOL, JSM-7001F, USA)



### **3.3. Análise Estatística**

A análise estatística teve por base medidas de análise estatística descritiva (frequências absolutas e relativas, médias e respectivos desvios-padrão) e análise estatística inferencial a partir de testes não paramétricos. O nível de significância estabelecido para aceitar ou rejeitar as hipóteses nulas foi estabelecido em  $p \leq 0,05$  com intervalo de confiança igual a 95%.

Recorreu-se ao teste paramétrico ANOVA Two-Way quando se compararam mais de 2 a 3 fatores em variáveis dependentes quantitativas. O pressuposto de normalidade de distribuição e o pressuposto de homogeneidade de variâncias, foram analisados com os testes de Kolmogorov-Smirnov com correlação de significância de Lilliefors e teste de Levene.

Para analisar a relação entre os tipos de falha, usou-se o teste de independência do Qui-quadrado que pretende inferir a associação ou dependência das variáveis por meio de uma tabela cruzada. Foi analisado o pressuposto do Qui-quadrado sabendo que vinte por cento (20%) das frequências esperadas são inferiores a 5 e superiores a 1.

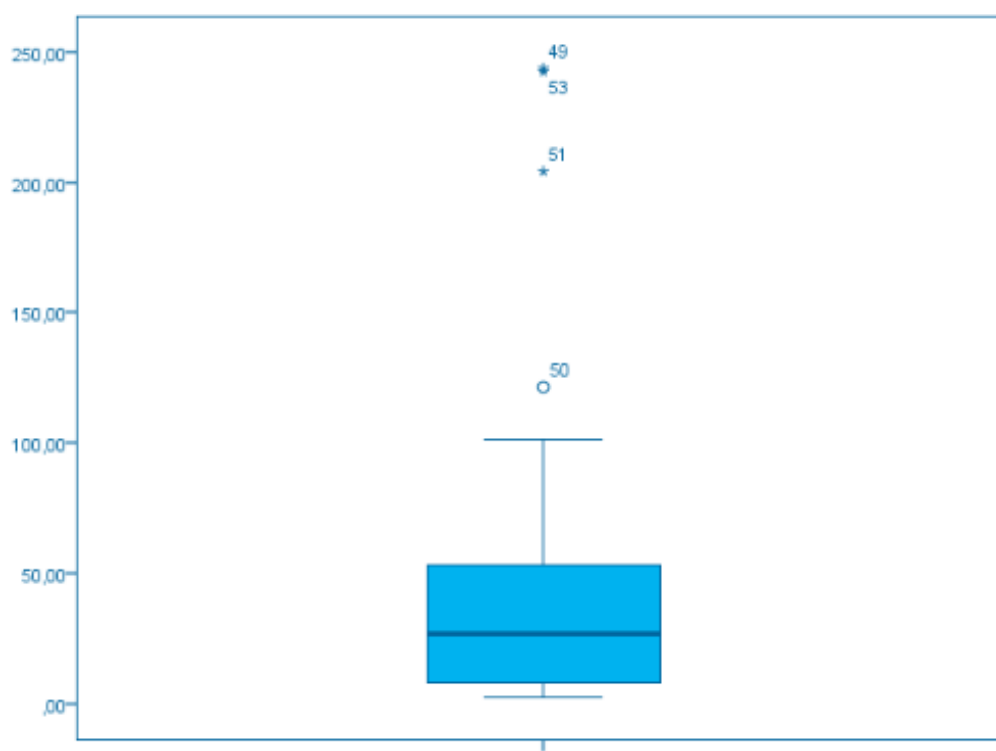
Relativamente à contabilização do padrão de fratura para a o cálculo das resistências adesivas apenas foram contabilizadas as falhas adesivas e mistas, tal como descreve a literatura (Scherrer, Cesar, & Swain, 2009).



## IV. RESULTADOS

A análise estatística foi realizada por meio do programa IBM SPSS (*Statistical Package for the Social Sciences*) na versão 24.0 para o Windows.

A análise estatística contemplou um  $n=15$  com um total de 306 palitos de dentina resultantes de todos os grupos e sujeitos a uma seleção de remoção de *outliers* (valor aberrante ou valor atípico, que apresenta um grande afastamento dos restantes valores do estudo). A sua eliminação é fulcral de modo a não influenciar os restantes resultados estatísticos tais como a média e desvio-padrão (Gráfico 1).



**Gráfico 1.** Exemplo da representação das amostras no dente 5 do grupo OFL1 com presença de Outliers.

○ Outliers 1,5x maior que a distância do comprimento da caixa (restantes amostras incluídas) – outliers moderados

\* Outliers 3x maiores – outliers aberrantes (Adaptado da folha de cálculo SPSS)

Estes valores podem ser justificados por erro característico da máquina de teste ou mesmo programação da mesma, ou ainda pela não homogeneidade de todas as amostras e substratos. Como tal, devem ser eliminados de modo a não extrapolar conclusões para todo o estudo experimental.

É importante contabilizar as falhas pré-teste nos palitos de dentina e também as falhas humanas na preparação das amostras (Tabela 4). Num total de 306 palitos obtiveram-se 63 na seção e manipulação das amostras para teste, contabilizadas para a média das resistências adesivas com metade do valor de resistência adesiva (MPa) do menor valor obtido por cada dente do grupo – fixação nos jigs com cola de cianocrilato (cola na interface da fratura, alinhamento incorrecto dos palitos, etc), pouca sensibilidade na força aplicada no jig aquando colocação para teste na máquina de testes universais, desvio do suporte fixador aquando seção dos palitos.

**Tabela 4.** Representação das falhas pré-teste.

Amostra	Falhas Pré-teste contabilizadas na estatística		Nº total de palitos	Percentagem FPT (%)
	FPT (Microtração e Micrótomo)	FH		
<b>OFL1</b>	14	5	118	16,1%
<b>OSE1</b>	16	7	84	27,4%
<b>CSE1</b>	14	7	104	20,2%

De seguida foi analisada a distribuição das amostras a partir dos testes de normalidade não paramétricos – Kolmogorov-Smirnov, Shapiro-Wilk e correlação de significância Lilliefors em que o valor estatístico obtido ( $\alpha$ ) superior a 0,05 (valor-p que corresponde ao nível de significância), ou seja  $\alpha \geq p$ , confirma a nossa hipótese nula – existe distribuição normal - requisito para aplicação do teste de análise fatorial ANOVA (Tabela 5).

**Tabela 5.** Testes de normalidade para avaliação da distribuição normal das amostras por grupo.

	Teste Kolmogorov-Smirnov				Teste Shapiro-Wilk		
	Grupos	F	gI	Sig. ( $\alpha$ )	F	gI	Sig. ( $\alpha$ )
<b>Amostra</b>	OPTFL	0,353	4		0,824	4	0,152
	OPTSE	0,220	4		0,980	4	0,900
	CLSE	0,170	5	0,200	0,980	5	0,937

O teste de Levene permite-nos avaliar a homogeneidade de variâncias amostrais. Permite concluir que as amostras são semelhantes e portanto existe uma igualdade de variâncias em todos os grupos experimentais uma vez que a significância é superior ao valor-p ( $>0,05$ ) reforçando a estabilidade dos valores das médias amostrais (Tabela 6).

**Tabela 6.** Testes de homogeneidade de Varências – Teste de Levene.

Amostra			
F	gI1	gI2	Sig.
3,301	2	10	0,079

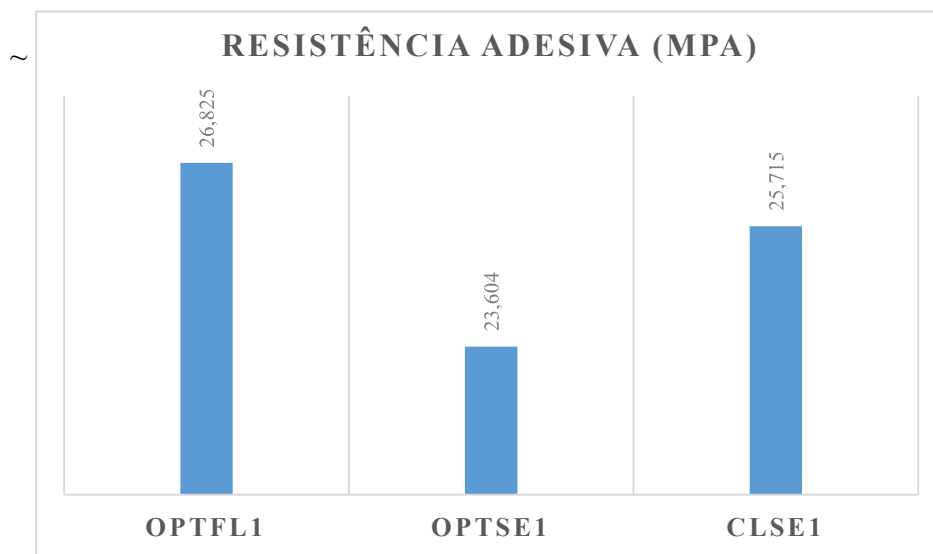
O cálculo das médias por grupo foi obtido através de gráficos *box-plot* com os seus valores de estatísticas descritivas.

Observam-se semelhanças entre as resistências adesivas dos três grupos. O OFL1 apresenta uma resistência adesiva maior em comparação com os restantes.

As médias e os respetivos desvio-padrões dos valores de resistência adesiva à microtração 24 horas após envelhecimento em estufa encontram-se representados na Tabela 7.

**Tabela 7.** Valores de Resistência Adesiva à microtração, 24h após envelhecimento. (média+desvio-padrão, em MPa).

Grupo I	Resistência Adesiva (MPa)
<b>OFL1</b>	26,825±12,110
<b>OSE1</b>	23,604± 2,497
<b>CSE1</b>	25,715± 14,186



**Gráfico 2.** Representação da média das resistências adesivas por grupo experimental.

A sua comparação entre todos os grupos foi realizada por meio da análise de variância fatorial ANOVA Two –Way a 2 fatores de interesse – aplicação de ácido como etapa individualizada e tipo de material/sistema adesivo – que tem como objetivo a comparação das médias entre todos os grupos (Tabela 8).

**Tabela 8.** Médias e desvio-padrões das resistências adesivas organizadas pelos factores avaliados.

Sistema Adesivo	Presença de Ácido	Média	Erro Desvio	N
OPT	Sim	26,825	12,110	4
	Não	23,604	2,498	4
	Total	25,215	8,276	8
CL	Não	25,715	14,186	5
	Total	25,715	14,186	5
Total	Sim	26,825	12,110	4
	Não	24,777	14,207	9
	Total	25,407	10,349	13

**Tabela 9.** Teste de efeitos entre fatores.

	<b>Soma dos Quadrados</b>	<b>gl</b>	<b>Média do Quadrado</b>	<b>F</b>	<b>Sig.</b>
<b>Modelo Corrigido</b>	21,515	2	10,758	0,085	0,919
<b>Sist. Adesivo</b>	9,902	1	9,902	0,078	0,785
<b>Presença de ácido</b>	20,744	1	20,744	0,164	0,694
<b>Sist. Adesivo x ácido</b>	0,000	0			

Tendo em conta o nível de significância estabelecido e o valor estatístico obtido podemos aceitar ou rejeitar a hipótese nula de estudo. Deste modo observando os nossos valores de significância não existe efeito preponderante de nenhum dos fatores nem interação entre eles (Tabela 9,10 e 11).

**Tabela 10.** Efeito do fator Sistema Adesivo nas médias dos resultados.

F – Testa o efeito do Sistema Adesivo.

	<b>Soma dos Quadrados</b>	<b>gl</b>	<b>Quadrado Médio</b>	<b>F</b>	<b>Sig.</b>
<b>Contraste</b>	0,771	1	0,771	0,006	0,939
<b>Erro</b>	1263,642	10	126,364		

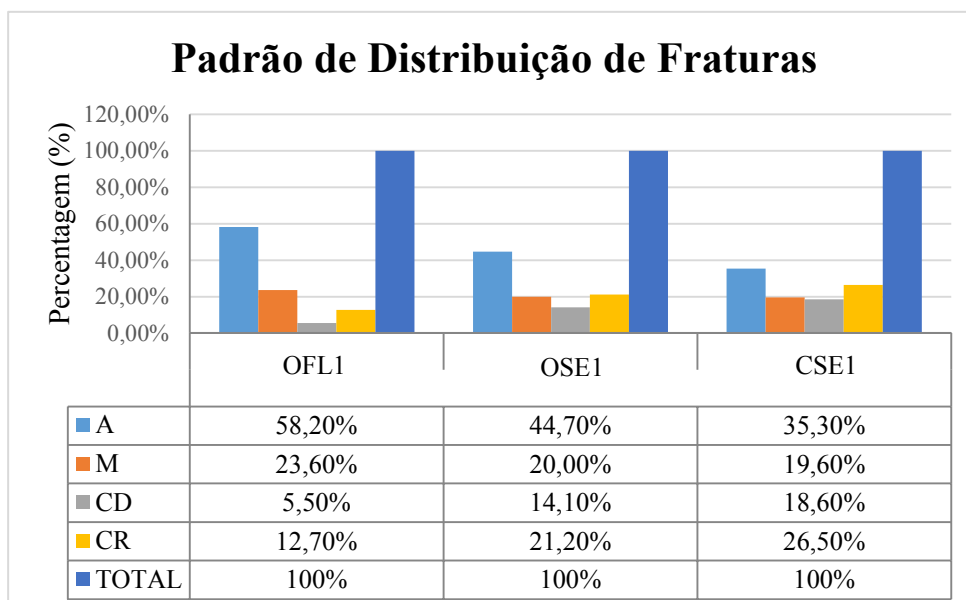
**Tabela 11.** Efeito do fator Presença de ácido nas médias dos resultados.

	<b>Soma dos Quadrados</b>	<b>gl</b>	<b>Quadrado Médio</b>	<b>F</b>	<b>Sig.</b>
<b>Contraste</b>	12,931	1	12,931	0,102	0,756
<b>Erro</b>	1263,642	10	126,364		

Pelo que o resultado estatístico da ANOVA revela não existirem diferenças significativas entre as resistências adesivas das várias estratégias adesivas aplicadas uma vez que todos os valores foram bastante semelhantes, com nível de significância superior a 0,05 ( $p=0,919$ ) (Tabela 9).

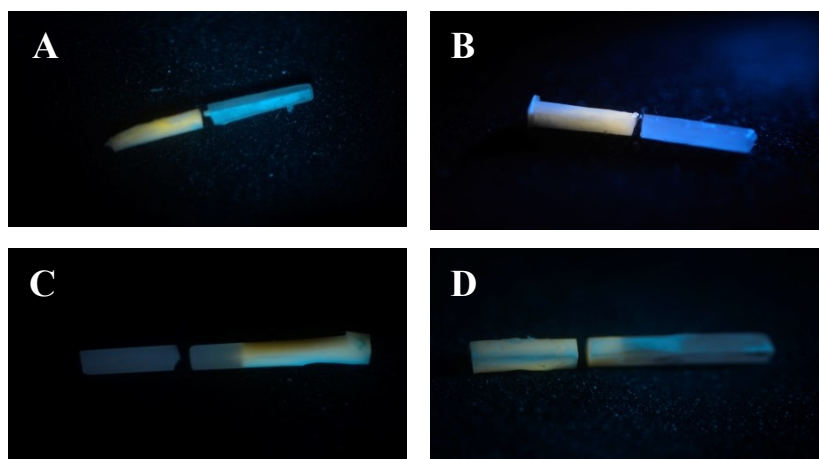
O padrão de distribuição das fraturas foi avaliado através do teste das tabulações cruzadas ou Qui-quadrado que tem a capacidade de inferir/avaliar qualquer relação ou dependência entre as variáveis. Todas as amostras submetidas quando fraturam exibem um padrão de fratura (Figura 46), independentemente de serem falhas pré-teste, sendo todas contabilizadas. No entanto, observou-se valores de falhas pré-teste que não obedeciam aos pressupostos de aplicações do mesmo teste, uma vez que assumiam o valor de zero, pelo que tiveram de ser descartados.

No gráfico 3 verifica-se a desproporção da distribuição do modo de fratura nomeadamente ao nível das falhas adesivas e coesivas em resina nos três grupos experimentais sendo os dois subtipos com maior prevalência no grupo OSE1 e CSE1. Há predominância das falhas adesivas em todos os grupos experimentais nomeadamente no grupo OFL1.



**Gráfico 3.** Distribuição dos tipos de fratura por grupo experimental (A – Adesiva; M- Mista, CD – Coesiva em Dentina; CR –Coesiva em Resina).





**Figura 46.** Tipo de fratura/falha (A- Mista, B - Adesiva, C - Coesiva em Resina, D - Coesiva em Dentina).

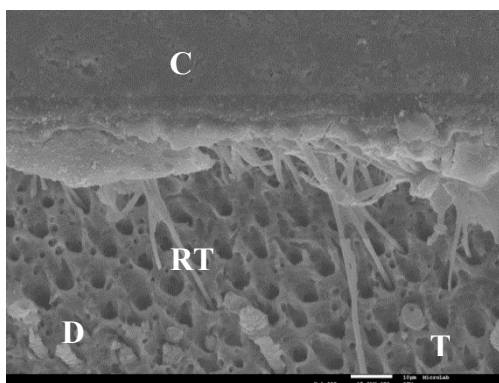
### Caracterização Morfológica da Interface Resina-Dentina com Microscopia Eletrónica de Varrimento

A análise da interface adesiva foi realizada por meio de observação com Microscópio Eletrónico de Varrimento – Feg-SEM (JOEL, JSM-7001F, USA) em 9 espécimes de dentes humanos, 3 de cada grupo, sobre a ampliação de 1000x e 3000x.

Tem como objetivo a caracterização morfológica da interface adesiva.

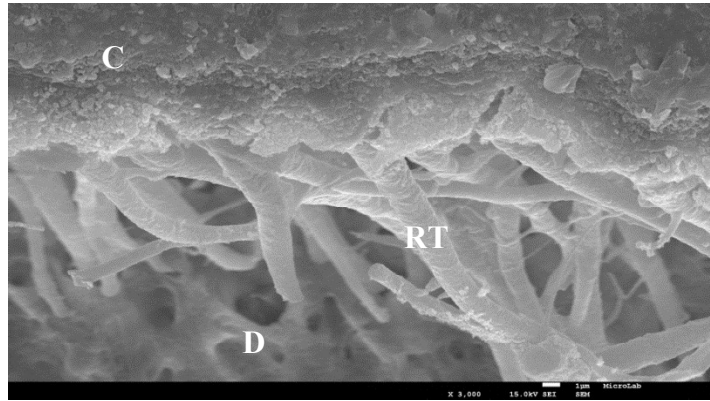
#### Grupo II – OFL2

Na Figura 47 observa-se a desmineralização característica do ácido ortofosforico e na Figura 48 a presença de inúmeros *resin tags*.



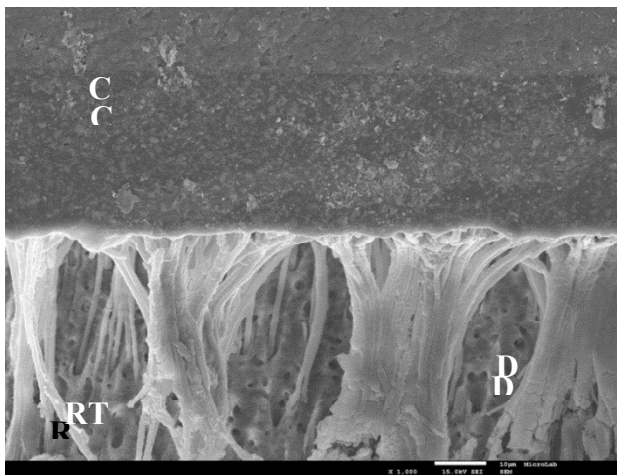
**Figura 47.** Observação da interface adesiva com Optibond FL sobre a ampliação de 1000x. (C-compósito, D- dentina, RT- Resin-Tags, T-túbulos dentinários expostos)

Imagens obtidas a partir do SEM disponível em MicroLab Eletron Microscopy Laboratory, Instituto Superior Técnico, Lisboa, Portugal



**Figura 48.** Observação da interface adesiva com Optibond FL sobre a ampliação de 3000x-

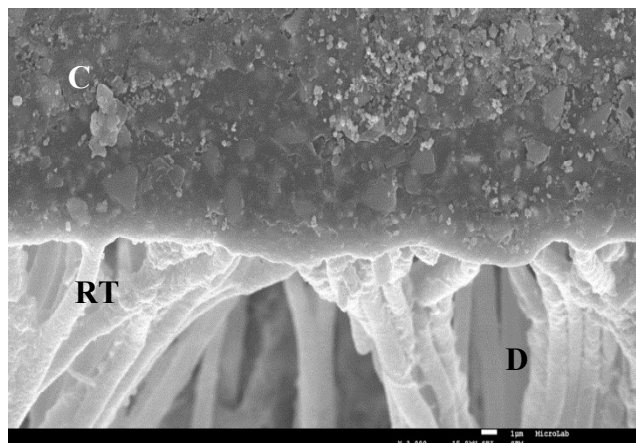
## Grupo II – OSE2



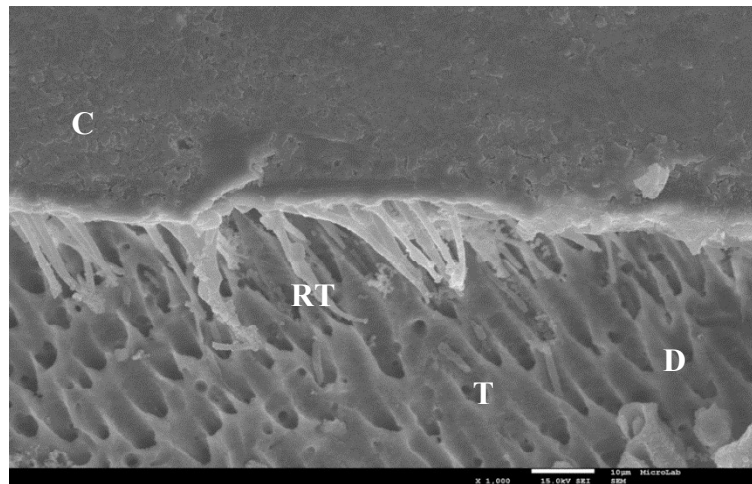
**Figura 49.** Observação da interface adesiva com Optibond FL como Self-Etch, sobre a ampliação de 1000x. (C- compósito, D- dentina, RT- Resin-Tags, T-túbulos dentinários expostos).

Na Figura 49 pode observar-se um padrão desmineralizante muito semelhante ao observado na figura 47 com a respectiva infiltração pela resina fluida.

**Figura 50.** Observação da interface adesiva com Optibond FL como *Self-Etch*, sobre a ampliação de 3000x. (C- compósito, D- dentina, RT- Resin-Tags, T-túbulos dentinários expostos).

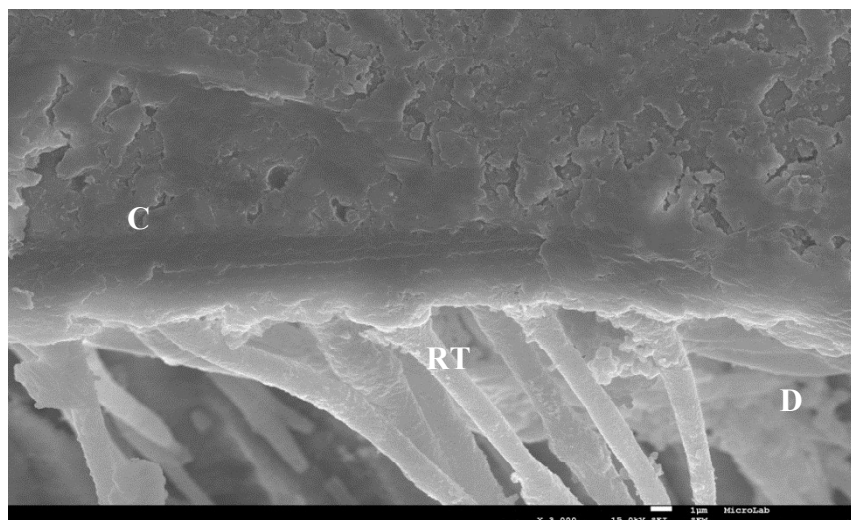


## Grupo II – CSE2



**Figura 51.** Observação da interface adesiva com Clearfil SE Bond 2 sobre a ampliação de 1000x. (C-compósito, D- dentina, RT- Resin-Tags, T-túbulos dentinários expostos).

No grupo CSE2 observa-se na Figura 51 um padrão de desmineralização diferente dos grupos anteriores, onde se observa uma interface adesiva menos definida com *resin tags* de menor profundidade.



**Figura 52.** Observação da interface adesiva com Clearfil SE Bond 2 sobre a ampliação de 3000x. (C-compósito, D- dentina, RT- Resin-Tags, T-túbulos dentinários expostos).

Como podemos observar na figura 52 verifica-se uma maior diferença morfológica entre este grupo e os anteriores



## VI. DISCUSSÃO

Após análise estatística dos resultados obtidos, não há diferenças estatisticamente significativas entre os diferentes grupos, pelo que aceitamos a hipótese nula.

Relativamente aos sistemas adesivos utilizados, Optibond FL e Clearfil SE Bond 2, são os *Gold Standard* de cada uma das estratégias adesivas – *Etch-and-Rinse* e *Self-etch*, respectivamente (Sarr et al., 2010).

O Optibond FL é utilizado como um sistema *Etch-and-Rinse* que contempla a presença de monómeros com capacidade de reduzir o seu pH. Esses monómeros inserem-se na constituição do seu *primer* onde o monómero GPDM confere um caráter ácido com valor de pH=1,9 (Brunner, 2002; Sarr et al., 2010, Bahillo et al., 2013; Jang, Lee, Woo, Lee, Yi, & Kim, 2016). Este monómero hidrofílico permite a desmineralização da dentina e posterior impregnação dos monómeros hidrofóbicos, existentes no *primer*, nos túbulos dentinários - *resin tags*. A obtenção de uma boa interface adesiva, depende não só do tipo de sistema adesivo utilizado mas também do modo como é utilizado (Bahillo et al., 2013; Drobac et al., 2015).

Um efeito *Self-etch* parece estar associado ao monómero GPDM, uma vez que desmineraliza os cristais de hidroxiapatite na dentina infiltrando-se. No entanto, não parece ser forte o suficiente, nem totalmente fiável, como o ácido ortofosfórico (Bahillo et al., 2013).

Bahillo e seus colaboradores (2013) estudaram a capacidade ácida do *primer* do Optibond FL com o intuito de comparar a abordagem segundo as instruções do fabricante, com a eliminação da aplicação de ácido ortofosfórico prévio em dentina. Avaliaram a capacidade de retenção da restauração pela continuidade das suas margens, onde os resultados mostraram percentagens de retenção similares entre o grupo *Etch-and-Rinse* de três passos e o grupo sem aplicação de ácido prévio ( $96,5 \pm 5,1$  e  $93,1 \pm 8,1$  respetivamente) não revelando, portanto, diferenças significativas. As imagens de microscopia em dentina mostraram que apesar da morfologia da superfície ser semelhante para os dois grupos é evidente uma menor abertura dos túbulos dentinários aquando superfície tratada exclusivamente com *primer* Optibond FL, assim como presença de *smear layer*. Estes resultados sugerem um menor poder ácido do *primer*

do Optibond FL quando comparado com ácido ortofosfórico 37,5% (Bahillo et al. 2013).

A particularidade de usar o Optibond FL, explorando o potencial efeito *Self-etch*, pode diminuir a possibilidade de sobre-condicionamento da dentina (Bahillo et al., 2013). Para além disso, o ácido ortofosfórico apresenta um efeito inflamatório moderado, que se revela como irritação pulpar. Este efeito aumenta substancialmente a permeabilidade do substrato de dentina assim como a difusão dos monómeros adesivos em direção à polpa – citotoxicidade – comprometendo a integridade da interface adesiva no tempo (Bahillo et al., 2013). Sendo assim, eliminando a aplicação do ácido ortofosfórico, como passo individual, em dentina permitirá reduzir todos estes factores para além da redução evidente do *setting* de consulta pela menor sensibilidade da técnica presente (Loguercio et al., 2007; Bahillo et al., 2013; Carvalho et al., al., 2016).

As imagens da análise morfológica do grupo OFL mostraram a presença de *resin-tags* nos seus túbulos dentinários expostos por meio de desmineralização ácida com ácido ortofosfórico ( $H_3PO_4$ ) com padrão de *over-etching* caraterístico, já descrito na literatura (Loguercio et al., 2007). Uma vez que apresenta um pH baixo, a sua ação permite a remoção da camada de *smear layer* com exposição da matriz colagénica apta para receber os monómeros do seu *primer* (Loguercio et al., 2007; Carvalho et al., 2016).

No grupo OSE, observa-se uma organização semelhante à do grupo OFL com presença de extensos *resin-tags* e uma camada de impregnação dos monómeros hidrofóbicos. Isto pode ser justificado não só pelo seu solvente orgânico: etanol (Li et al., 2012), mas também pelo baixo pH do seu *primer* (Bahillo et al., 2013; Carvalho et al. 2016).

Segundo Carvalho et al. (2016), os sistemas com base em solventes orgânicos como álcool e acetona parecem ajudar na desidratação da dentina desmineralizada sobre a técnica *wet-bonding* promovendo uma melhor infiltração dos monómeros por redução da componente hidrofílica da matriz colagénica- baixo conteúdo em água- característico dos sistemas adesivos *Etch-and-rinse* (Van Meerbeek et al., 2005). O etanol promove a optimização da penetração dos monómeros de resina com formação de *extensos* filamentos graças ao aumento da molhabilidade da superfície (Li et al., 2012; Bahillo et al., 2013; Drobac et al., 2015).

O Clearfil SE Bond 2, como um *mild self-etch*, tem a vantagem de promover a adesão química na dentina graças à presença do monómero funcional 10-MDP. O

monômero 10-MDP tem a capacidade de formar uma ligação iônica com os cristais hidroxiapatite, do esmalte e dentina, tornando a adesão um fenômeno para além de mecânico, químico, aumentando a longevidade da interface adesiva (Fukeygawa et al., 2006; Zeidan et al., 2016).

Avaliando morfologicamente o grupo CSE, observa-se uma interface menos definida com presença de poucos *resin-tags*. Destaca-se como particular diferença dos anteriores a formação de *resin-tags* com um menor grau de profundidade, o que revela uma menor capacidade de desmineralização do seu *primer*. Isto poderá estar sustentado pelo seu grau intermédio de  $\text{pH} \approx 2$  (Van Meerbeek et al., 2005; Drobac et al., 2015).

Clearfil SE Bond 2 pertence ao grupo dos *mild self-etch* pelo que, o poder de desmineralização é inferior quando comparado com o comum ácido ortofosfórico, utilizado na técnica *Etch-and-rinse* (Zeidan et al., 2016). A sua capacidade ácida não é, portanto, suficientemente alta para remover a camada de *smear layer*, dissolvendo-a na camada híbrida. (Drobac et al., 2015). A integração do *smear layer* na interface adesiva leva à exibição de uma maior dispersão dos *resin-tags* com um diâmetro menor, porém a sua presença parece contribuir para uma redução da sensibilidade operatória quando comparado com a técnica *Etch-and-rinse* (Sezinando, 2014).

Porém, a existência do monômero funcional 10-MDP permite um bom desempenho clínico com base nas ligações iônicas estabelecidas com a hidroxiapatite residual dentinária com formação de sais MDP-Ca com elevada estabilidade (Van Meerbeek et al., 2005; Fukeygawa et al., 2006; Zeidan et al., 2016).

Apesar de ainda não existirem muitos estudos que procurem o modo de ação do monômero GPDM, Wang et al. (2017) optaram por avaliar o seu comportamento na dentina comparando-o com os monômeros acídicos e funcionais presentes nos adesivos *Self-etch*. Apesar de ter uma força de ligação ao Cálcio bastante reduzida, quando comparada com a do monômero 10-MDP, foi o adesivo que apresentou uma maior resistência adesiva. Isto pode ser justificado pela sua característica de promover aprisionamento nos espaços colagénicos, tal como ocorre na vertente *Gold standard Etch-and-Rinse* – requisito importante para obtenção de uma boa união (Wang et al., 2017). Para além disso, este monômero é constituído por dois grupos polimerizáveis, contrariamente ao padrão dos restantes monômeros funcionais, aumentando a disponibilidade de ligação para os monômeros adesivos e resina (Wang et al., 2017). Não possui uma capacidade acídica suficientemente forte para criar uma união exclusivamente mecânica sendo por isso a sua vertente química a sua grande vantagem

(Wang et al., 2017). É graças ao seu monómero GPDM que se estabelece união com a hidroxiapatite residual após a desmineralização e infiltração da resina hidrofílica (Armstrong et al., 2004).

Vários estudos afirmam que os monómeros funcionais com maior capacidade de ligação química com o cálcio são providos de uma maior resistência adesiva assim como uma maior durabilidade (Wang et al., 2017). O facto do pH do *primer* do Optibond FL encontrar-se bastante próximo de um adesivo *mild self-etch*, coloca-o num patamar próximo de comparação (Van Meerbeek et al., 2005). Apresenta um bom desempenho *in vitro* observado com MEV, no entanto não remove a camada de *smear layer* incluindo-a na formação da camada híbrida (Drobac et al., 2015; Wang et al., 2017).

Apesar das diferenças ultramorfológicas evidentes, as médias das resistências adesivas entre os grupos não apresentam diferenças significativas. A maior resistência adesiva foi obtida no grupo OFL1 ( $26,825 \pm 12,110$  MPa), que pode ser justificada pela elevada composição de partículas de carga inorgânica do seu adesivo, que lhe confere uma elevada resistência mecânica (Sarr et al., 2010). Comparando os grupos OSE e CSE, ambos apresentaram valores de resistência adesiva muito semelhantes ( $23,604 \pm 2,497$  e  $25,715 \pm 14,186$  respetivamente).

Estudos anteriores submeteram Optibond FL a armazenamento aquoso, onde se comprovou uma redução da resistência adesiva nos primeiros 6 meses (Armstrong et al., 2004). Para além de todos os factores envolvidos na degradação hidrolítica, o facto de existir um duplo condicionamento da dentina (ácido e *primer* com capacidade acídica) fragiliza a camada de dentina afectando consideravelmente a qualidade da interface adesiva (Bahillo et al., 2013).

Vários estudos referenciam sempre a maior resistência adesiva associada ao Optibond FL (Sarr et al., 2010; Peumans et al., 2012). Comparativamente com o Clearfil SE Bond 2, os mesmos apresentam como resistência adesiva valores de 32,4 e 29,3 MPa, respectivamente, revelando a inexistência de diferenças significativas entre os mesmos. (The Ratings, 2006). Jang e seus colaboradores (2016) estudaram também o comportamento dos mesmos adesivos observando uma maior resistência adesiva para Clearfil SE Bond ( $39,33 \pm 6,95$ ) e  $38,44 \pm 7,57$  para Optibond FL. Assim, quando comparamos o grupo OFL ( $26,825 \pm 12,110$ ) com o grupo CSE ( $25,715 \pm 14,186$ ) não



existe uma diferença significativa entre as suas resistências adesivas indo ao encontro de resultados semelhantes aos já descritos pela literatura (Sarr et al., 2010).

Os adesivos que proporcionam uma maior ligação à dentina, com maior resistência adesiva são, por ordem decrescente, *Etch-and-Rinse* três passos, *Etch-and-Rinse* dois passos, *Self-etch* dois passos, e por último os adesivos *all-in-one* que não removem a camada de *smear layer* tal como acontece também nos *mild self-etch*, utilizando-a como meio de união (Van Landuyt et al., 2009, como referido em Haller, 2013). Os resultados obtidos vão ao encontro desta classificação.

No presente estudo foram contabilizadas todas as falhas pré-teste para a obtenção das médias das resistências adesivas, pelo que se pode observar diferenças comparativamente com outros ensaios. As falhas pré-teste são muitas vezes ignoradas e descartadas da análise estatística o que pode sobrevalorizar os resultados obtidos (Scherrer et al., 2009; Al-Saleh & Mowafy, 2013; Zeidan et al., 2016).

Até hoje os sistemas *Etch-and-Rinse* de três passos permanecem como o *Gold standard* da adesão na dentina (Drobac et al., 2015; Carvalho et al., 2013), no entanto, não se verificaram diferenças estatisticamente significativas entre a aplicação prévia ou não de condicionamento ácido no sistema Optibond FL, nem com a abordagem *Self-etch* Clearfil SE Bond 2. Assim a aplicação do Optibond FL, sem condicionamento prévio, apresenta-se como uma boa alternativa quando se pensa numa menor sensibilidade da técnica, com maior facilidade de utilização (Sarr et al., 2010; Peumans et al., 2012; Bahillo et al., 2013).

Seria interessante uma continuação do presente estudo no substrato de esmalte sugerindo investigação científica no campo da adesão química, com avaliação morfológica do seu comportamento a curto e longo prazo, em ambiente *in vitro* e clínico.



## VII.CONCLUSÃO

Com as devidas limitações deste estudo conclui-se que não existem diferenças significativas entre as resistências adesivas pelo que a eficácia de adesão nas diferentes estratégias adesivas é similar.

Apesar do valor médio de resistência adesiva permanecer associado ao *Gold Standard* Optibond FL, a abordagem proposta de evitar o condicionamento ácido prévio à sua aplicação, Grupo OSE1 e OSE2, apresenta bons resultados *in vitro* mesmo apresentando o menor valor médio entre os três grupos experimentais.

Estes resultados podem ser justificados pelo efeito *Self-etch* presente na composição do seu *primer* graças ao monómero GPDM, com afinidade para a dentina. Uma ligação química à dentina poderá estar presente, no entanto, apresenta-se mais fraca quando comparada com o monómero funcional efectivo 10-MDP na composição de Clearfil SE Bond 2.

Em suma é plausível sugerir a aplicação da estratégia Optibond FL sem condicionamento ácido prévio na dentina, para a atual prática clínica assegurando um melhor consumo no *setting* de consulta com uma menor sensibilidade da técnica.

### Perspectivas Futuras

- Existem poucas evidências clínicas neste âmbito podendo ser aliciante encontrar um novo protocolo adesivo reduzido, com elevados desempenhos *in vitro* com extrapolação clínica.
- Propõe-se avaliar e entender o desempenho desta estratégia no esmalte dentário.
- Avaliar o potencial desmineralizante do *primer* ácido do Optibond FL em esmalte, mecânica e morfológicamente, com recurso a ensaio de microtração e microscopia eletrónica de varrimento.
- Avaliar o efeito do envelhecimento a longo prazo na resistência adesiva e no seu padrão morfológico em dentina e esmalte.

## Relevância Clínica

No presente estudo os Sistemas Adesivos são avaliados mecânica e morfolologicamente de modo a perceber o seu desempenho *in vitro*. Quando se aplica o sistema Optibond FL como um sistema *Self-etch* de dois passos, tendo por base o seu *primer* ácido, verifica-se uma resistência adesiva bastante semelhante à exibida pelo *Self-etch* de dois passos Clearfil SE Bond 2 e, com hibridização análoga à apresentada pelo *Gold Standard*, *Etch-and-rinse* de três passos Optibond FL.

É possível aliar as vantagens de ambos os tipos de sistemas adesivos, quando aplicados em dentina sã – uma menor sensibilidade da técnica pela remoção do passo de condicionamento ácido e consecutiva lavagem com água associado aos sistemas *Self-etch*, e infiltração das resinas fluídas ao longo dos túbulos dentinários com formação de longos *resin-tags* associado à técnica *Etch-and-Rinse*.

Com o ritmo de vida quotidiana actual os clínicos procuram cada vez mais usar opções mais simplificadas com o intuito de agilizar e reduzir o *setting* de consulta. A redução dos passos clínicos aquando do processo de adesão promove uma redução do tempo de consulta com uma menor sensibilidade da técnica característica dos *Etch-and-rinse*.

## VIII. BIBLIOGRAFIA

- Ahn, J., Jung, K.-H., Son, S.-A., Hur, B., Kwon, Y.-H., & Park, J.-K. (2014). Effect of additional etching and ethanol-wet bonding on the dentin bond strength of one-step self-etch adhesives. *Restorative Dentistry & Endodontics*, 40(1), 68–74. doi:10.5395/rde.2015.40.1.68
- Al-Saleh, M., & El-Mowafy, O. (2013). Microtensile bond strength of restorative composite bonded with self-adhesive resin cements to enamel and dentin. *Journal of Research in Dentistry*, 1(1), 1–16. doi:10.19177/jrd.v1e120133-16
- Albaladejo, A., Osorio, R., Toledano, M., & Ferrari, M. (2010). Hybrid layers of etch-and-rinse versus self-etching adhesive systems. *Medicina Oral Patologia Oral y Cirugia Bucal*, 15(1), 112–118. doi:10.4317/medoral.15.e112
- Anusavice, K.J., Shen, C., Rawls, H. R. (2013). *Phillip's Science of Dental Materials*. 12th Edition. USA: Elsevier Science.
- Armstrong S.R., Vargas, M. A., Chung, I., Pashley, D.H., Campbell, J. A., Laffoon, J. E. & Qian, F. (2004). Resin-Dentin Interfacial Ultrastructure and Microtensile Dentin Bond Strength After Five-year Water Storage. *Operative Dentistry*, 29(6), 705-712. doi:10.2341/1559-2863-29-6-1
- Armstrong, S., Geraldini, S., Maia, R., Raposo, L. H. A., Soares, J. C., & Yamagawa, J. (2010). Adhesion to tooth structure : A critical review of “ micro ” bond strength test methods. *Dental Materials*, 26, e50–e62. doi:10.1016/j.dental.2009.11.155
- Armstrong, S., Breschi, L., Özcan, M., Pfefferkorn, F., Ferrari, M., & Van Meerbeek, B. (2016). Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength ( $\mu$ TBS) approach. *Dental Materials*, 33(2), 133–143. doi:10.1016/j.dental.2016.11.015
- Ashtana, G. & Parmar, G. (2014). Review article : Hybrid layer : Foundation of Dental bonding. *Journal of Government Dental College and Hospital*, 1(1), 46–50. Disponível em <http://www.jgdch.com/pdf/october%202014%20jgdch%2046-50.pdf>

- Banerjee, A., Green, D. J. B. (2011). Contemporary Adhesive Bonding : Bridging the Gap between Research and Clinical Practice. *Dental Update*, 38: 439–450. Disponível em <https://pdfs.semanticscholar.org/b1f6/947ec700c95d378cad9c57ecc0086140d554.pdf>
- Camargo, W. A. (2011). *Hipersensibilidade Dentária: Diagnóstico e Tratamento*. (Tese de Mestrado). Faculdade de Medicina Dentária, Universidade do Porto, Portugal. Disponível em <https://repositorioaberto.up.pt/bitstream/10216/63731/2/Winston101109.pdf>
- Camargo, M. A., Silveira, B. L. da, Delfino, C. S., Zaroni, W. C. S. & Matos, A. B. (2007). Ensaio de microtração : uma revisão crítica da literatura. *Rev. Inst. Ciênc. Saúde*, 25(3), 313–318. Disponível em [https://www.unip.br/comunicacao/publicacoes/ics/edicoes/2007/03\\_jul\\_set/V25\\_N3\\_2007\\_p313-318.pdf](https://www.unip.br/comunicacao/publicacoes/ics/edicoes/2007/03_jul_set/V25_N3_2007_p313-318.pdf)
- Carolina, M., Fecury, V., & Belém, F. V. (2007). Sistemas adesivos actuais: Características Físico-químicas e aplicabilidade em Odontopediatria. *Arquivo Brasileiro de Odontologia*, 144–154. Disponível em [http://www1.pucminas.br/imagedb/documento/DOC\\_DSC\\_NOME\\_ARQUI20070530170921.pdf](http://www1.pucminas.br/imagedb/documento/DOC_DSC_NOME_ARQUI20070530170921.pdf)
- Carvalho, R. M., Manso, A. P., Geraldeli, S., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2013). Durability of bonds and clinical success of adhesive restorations Ricardo, 28(1), 1–26. doi:10.1016/j.dental.2011.09.011.Durability
- Carvalho, A. O., Sá, R. B., Wodevotzky, O. J., Gláucia, M., Ambrosano, B., Magne, P. C., & Giannini, M. (2016). Bond strength and micromorphology of resin - dentin interface of etch - and - rinse dentin bonding agents after 1 - year of water storage. *Applied Adhesion Science*. doi:10.1186/s40563-016-0073-5
- Cecchin, D., Farina, A. P., Spazzin, A. O., Galafassia, D., Barbizam, J. V. B., & Carlini-Júnior, B. (2008). Influência da profundidade dentinária na resistência à microtração de sistemas adesivos de condicionamento ácido total e autocondicionante. *Revista Odontológica*, 23(2), 150–155. Disponível em <http://revistaseletronicas.pucrs.br/ojs/index.php/fo/article/viewFile/2557/3044>

- Della Bona A, Van Noort R. (1995). Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res*, 74(9), 1591-6. doi:10.1177/00220345950740091401
- Donassollo, T., Lima, F. G., Rodrigues-junior, S. A., Coelho-de-souza, F. H., & Demarco, F. (2010). Adesão aos substratos dentários e seus principais aspectos: uma revisão da literatura. *Stomatos*, 16(31). Disponível em <http://repositorio.ufpel.edu.br/bitstream/123456789/826/3/Ades%C3%A3o%20aos%20substratos%20dent%C3%A1rios%20e%20seus%20principais%20aspectos%20uma%20revis%C3%A3o%20da%20literatura.pdf>
- Drobac, M., Stojanac, I., Ramic, B., Premovic, M., & Petrovic, L. (2015). Micromorphological characterization of adhesive interface of sound dentin and total-etch and self-etch adhesives. *Medicinski Pregled*, 68(1-2), 10-16. doi:10.2298/MPNS1502010D
- Fernandes, V. J., Oliani, M., Nogueira, L. J., & Silva, J. (2016). Analysis and Comparison of Different Bond Strength Tests. *JSM Dentistry*, 4(5). Disponível em <https://www.jscimedcentral.com/Dentistry/dentistry-4-1076.pdf>
- Fleming, M. (2012). Risks of Total-Etch Systems. [em linha]. *Spear Education Web Site*. Disponível em <https://www.speareducation.com/spear-review/2012/08/risks-of-total-etch-systems>
- Freedman, G. (2006). Adhesive Cementation: One Step and Predictable. [em linha]. Oral Health Group Web site. Disponível em <http://www.oralhealthgroup.com/features/adhesive-cementation-one-step-and-predictable/>
- Fukegawa, D., Hayakawa, S., Yoshida, Y., Suzuki, K., Osaka, A., & Van Meerbeek, B. (2006). Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *J Dent Res*, 85(10), 941-944. doi:10.1177/0022034506287441
- Gateva, N., & Kabaktchieva, R. (2012). Hybrid layer thickness in primary and permanent teeth - comparison between total etch adhesives. *Journal of IMAB - Annual Proceeding (Scientific Papers)*, 18(2), 191-199. doi:10.5272/jimab.2012182.191
- Giannini, M., Makishi, P., Almeida Ayres, A. P., Moreira Vermelho, P., Marin Fronza, B., Nikaido, T., & Tagami, J. (2015). Self-Etch Adhesive Systems: A

- Literature Review. *Brazilian Dental Journal*, 26(1), 3–10. doi:10.1590/0103-6440201302442
- Gu, M., Yu, Q., Tan, J., Li, H., Chen, M., & Wang, Y. (2016). Improving bond strength of ground and intact enamel to mild self-etch adhesive by plasma treatment. *Clinical Plasma Medicine*, 4(1), 29–33. doi:10.1016/j.cpme.2016.03.001
- Haller, B. (2013). Which self-etch bonding systems are suitable for which clinical indications? *Quintessence International (Berlin, Germany : 1985)*, 44(9), 645–61. doi:10.3290/j.qi.a30182
- Heymann, H., Swift, E. J., Ritter, A. V., & Sturdevant, C. M. (2013). Fundamental Concepts of Enamel and Dentin Adhesion. *Sturdevant's art and science of operative dentistry*. (120-132). St. Louis, Mo: Elsevier/Mosby
- Hooshmand, T., Van Noort, R., & Keshvad, A. (2002). Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dental Materials*, 18(2), 179–188. doi:10.1016/S0109-5641(01)00047-1
- ISO/TS 11405:2003. Dental materials – Testing of adhesion to tooth structure. Granada: Biblioteca universitária de Granada – Faculdade de Odontologia.
- Jang, J., Lee, M. G., Woo, S. U., Lee, C. O., Yi, J., & Kim, D. (2016). Comparative study of the dentin bond strength of a new universal adhesive. *Dental Materials Journal*, 35(4), 606–612. doi:10.4012/dmj.2015-422
- Karmaker, A., Prasad, A., & Sarkar, N. K. (2007). Characterization of adsorbed silane on fillers used in dental composite restoratives and its effect on composite properties. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 18(6), 1157–1162. doi:10.1007/s10856-007-0145-y
- Kanca, J. (1992). Improving Bond Strength Through Acid Etching of Dentin and Bonding to Wet Dentin Surfaces. *The Journal of the American Dental Association*, 123(9), 35–43. doi:10.14219/jada.archive.1992.0248
- Kinzer, G. (2016). Why You Should be Using Glycerin on Your Composite Restorations. [em linha]. *Spear Education Website*. Disponível em <https://www.speareducation.com/spear-review/2015/09/why-you-should-be-using-glycerin-on-your-composite-restorations>



- Leloupl, G., Hoore, W. D., Bouter, D., Degrange, M., & Vreven, J. (2001). Meta-analytical Review of Factors Involved in Dentin Adherence. *Journal of Dental Research*, 80(7), 1605-1614. doi:10.1177/00220345010800070301
- Li, F., Liu, X.-Y., Zhang, L., Kang, J.-J., & Chen, J.-H. (2012). Ethanol-wet bonding technique may enhance the bonding performance of contemporary etch-and-rinse dental adhesives. *The journal of adhesive dentistry*, 14(2), 113–20. doi:10.3290/j.jad.a21853
- Loguercio, A. D., Bittencourt, D. D., Baratieri, L. N., & Reis, A. (2007). A 36-month evaluation of self-etch and etch-and-rinse adhesives in noncarious cervical lesions. *JADA*, 138(April), 507–514. doi:10.14219/jada.archive.2007.0204
- Manuja, N., Nagpal, R., & Pandit, I. K. (2012). Dental Adhesion. *Journal of Clinical Pediatric Dentistry*, 36(3), 223–234. doi:10.17796/jcpd.36.3.68805rl1r037m063
- Materials Evaluation and Engineering, Inc. (2016). Handbook of analytical methods for materials [em linha]. Disponível em <http://primeadvertising.com/publications/MEE/MEE2016Handbook/html5/index.html?page=1&noflash>
- Mjör, I. A. (2009). Dentin permeability: the basis for understanding pulp reactions and adhesive technology. *Brazilian Dental Journal*, 20(1), 3-16. doi:10.1590/S0103-64402009000100001
- Mouzinho, J. (2016). Prótese fixa contemporânea: na vertigem da mudança – os novos materiais cerâmicos, PEEK e resinas indiretas. [Em linha]. Ordem dos Médicos Dentistas Web site. Disponível em <https://www.ond.pt/congresso/2016/conferencistas/joao-mouzinho>
- Pantoja, C. A. M. S. (2013). *Influence of ethanol on the surface roughness, the surface free energy of the root dentin and filling dentinal tubules with ah plus sealer*. (Tese de Doutorado). Universidade Estadual das Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Brasil.
- Park, H., & Lee, I. (2011). Effect of glycerin on the surface hardness of composites after curing. *Journal of Korean Academy of Conservative Dentistry*, 36(6), 483–489. doi:10.5395/JKACD.2011.36.6.483

- Pashley, D. H., Tay, F. R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R. M., Carrilho, M., & Tezvergil-Mutluay, A. (2013). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 1–34. doi:10.1016/j.dental.2010.10.016.State
- Peixoto, L. M., Batitucci, E., Daroz, C. B. S., & Sampaio, H. R. (2013). Tratamento térmico do silano para melhorar a cimentação adesiva de restaurações cerâmicas odontológicas, 59, 460–465. doi:10.1590/S0366-69132013000300017
- Perdigão, J., Lambrechts, P., Meerbeek, B. Van, Vanherle, G., & Lopes, A. L. B. (1995). Field emission SEM comparison of four postfixation drying techniques for human dentin, 29, 1111–1120. doi:10.1002/jbm.820290911
- Perdigão, J. (2009). Dentin bonding — Variables related to the clinical situation and the substrate treatment. *Dental Materials*, 26, e24–e37. doi:10.1016/j.dental.2009.11.149
- Peumans, M., De Munck, J., Van Landuyt, K. L., Poitevin, A., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2012). A 13-year clinical evaluation of two three-step etch-and-rinse adhesives in non-carious class-V lesions. *Clinical Oral Investigations*, 16(1), 129–137. doi:10.1007/s00784-010-0481-z
- Ribeiro, J. C. V., Vale, M. S. do, Silva, M. M., & Fernandes, C. A. de O. (2013). Ensaio de microtração na avaliação da resistência adesiva: fundamentos e aplicações. *Rev. Gaúcha Odontol.*, 61, 497–504. Disponível em <http://www.revistargo.com.br/viewarticle.php?id=1484>
- Sadek, F. T., Goracci, C., Monticelli, F., Ferrari, M., & Cardoso, P. E. C. (2004). Influência da geometria dos espécimes em dentina e esmalte e no teste de microtração: análise da resistência de união e microscopia eletrônica de varredura. *Revista Ibero-americana de Odontologia Estética & Dentística*, 3, 81-93. Disponível em [http://www.bdpi.usp.br/single.php?\\_id=001380297](http://www.bdpi.usp.br/single.php?_id=001380297)
- Sarr, M., Kane, A., Vreven, J., Mine, A., Van Landuyt, K., Peumans, M., ... De Munck, J. (2010). Microtensile Bond Strength and Interfacial Characterization of 11 Contemporary Adhesives Bonded to Bur-cut Dentin. *Operative Dentistry*, 35(1), 94–104. doi:10.2341/09-076-L
- Scherrer, S. S., Cesar, P. F., & Swain, M. V. (2009). Direct comparison of the bond strength results of the different test methods : A critical literature review. *Dental Materials*, 26, e78–e93. doi:10.1016/j.dental.2009.12.002

- Sezinando, A. (2014). Looking for the ideal adhesive – A review. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária E Cirurgia Maxilofacial*, 55(4), 194–206. doi:10.1016/j.rpemd.2014.07.004
- Silva e Souza Junior, M.H., Carneiro, K.G., Lobato, M.F., Silva e Souza, P.A.R. & Góes, M.F. (2010). Adhesive systems: important aspects related to their composition and clinical use. *Journal of Applied Oral Science*, 18(3), 207-214. doi:10.1590/S1678-77572010000300002
- The Ratings (2006). Dental Adhesives – Reality’s Choice. Reality Book 2006, 20, 197-236. [em linha]. Reality Publishing Company Web site. Disponível em [http://www.realityesthetics.com/protected/book/2006/low/Dental\\_Adhesives.pdf](http://www.realityesthetics.com/protected/book/2006/low/Dental_Adhesives.pdf)
- Wang, R., Shi, Y., Li, T., Pan, Y., Cui, Y., & Xia, W. (2017). Adhesive interfacial characteristics and the related bonding performance of four self-etching adhesives with different functional monomers applied to dentin. *Journal of Dentistry*, 62, 72–80. doi:10.1016/j.jdent.2017.05.010
- Van Landuyt, K. L., Snauwaert, J., De Munck, J., Peumans, M., Coutinho, E., Suzuki, K., ... Meerbeek, B. Van. (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*, 28, 3757–3785. doi:10.1016/j.biomaterials.2007.04.044
- Van Meerbeek, B., Peumans, M., Poitevin, A., Mine, A., Van Ende, A., Neves, A., & De Munck, J. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes, 6, 100–121. doi:10.1016/j.dental.2009.11.148
- Van Meerbeek, B., Kanumilli, P., De Munck, J., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., & Peumans, M. (2005). A randomized controlled study evaluating the effectiveness of a two-step self-etch adhesive with and without selective phosphoric-acid etching of enamel, 59, 375–383. doi:10.1016/j.dental.2004.05.008
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, A., De Munck, J., & Van Landuyt, K. L. (2011). State of the art of self-etch adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 17–28. doi:10.1016/j.dental.2010.10.023
- Zeidan, L., Reis, A., & Cassoni, A. (2016). Effect of six month storage on microtensile bond strength of new elective etching adhesive system on dentin in self-etching or etch-and-rinse approach. *Saudi Journal for Dental*, 1–6. doi:10.1016/j.sjdr.2016.06.006

3M ESPE (s.d.). Nanotecnologia: A última palavra sobre o tema e discussões atuais.  
[em linha]. Disponível em  
<http://multimedia.3m.com/mws/media/424908O/catalogo-de-nanotecnologia-3m-espe.pdf>

## IX. ANEXOS

### 1. Autorização/Aprovação da Comissão Ética para execução do Projeto de Investigação

Comissão de Ética

---



Proc. Interno nº 540

Ex.ma Senhora

Beatriz Alexandra Valério Gil

Monte de Caparica, 15 de fevereiro de 2017

Ex.ma Senhora,

Venho comunicar-lhe que o Pedido de Parecer que submeteu à apreciação da Comissão de Ética da Egas Moniz, com o tema denominado ***“Potencial desmineralizante de várias estratégias adesivas”***, foi aprovado por unanimidade.

Com os melhores cumprimentos,

A Presidente da Comissão de Ética da Egas Moniz

Profª. Doutora Maria Fernanda de Mesquita